

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA**

**RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE CIMENTOS RESINOSOS NA**  
**DENTINA AFETADA POR CÁRIE INDUZIDA ARTIFICIALMENTE**

Aracaju  
Novembro/2013

**ALINE CARVALHO PEIXOTO**

**RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE CIMENTOS RESINOSOS NA  
DENTINA AFETADA POR CÁRIE INDUZIDA ARTIFICIALMENTE**

Dissertação apresentada ao Programa  
de Pós-graduação em Odontologia, da  
Universidade Federal de Sergipe, para  
obtenção do título de Mestre em  
Odontologia.

Orientador: Prof. Dr. André Luis Faria e Silva  
Co-orientador: Prof. Dr. Maximiliano Sérgio Cenci

Aracaju

2013

**FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA DA SAÚDE  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE**

P379r Peixoto, Aline Carvalho  
Resistência de união de cimentos resinosos na dentina afetada por cárie induzida artificialmente / Aline Carvalho Peixoto; orientador André Luis Faria e Silva, co-orientador Maximiliano Sérgio Cenci. -- Aracaju, 2013.  
00 f. : il.

Dissertação (Mestrado em Odontologia) - Programa de Pós-Graduação em Odontologia, Pró-Reitoria de Pós-Graduação e Pesquisa, Universidade Federal de Sergipe, 2013.

1. Dentina. 2. Cáries dentárias. 3. Cimentos dentários. 4. Resinas dentárias. 5. Materiais dentários. 6. Restauração (Odontologia). I. Silva, André Luis Faria e, orient. II. Cenci, Maximiliano Sérgio, co-orient. III. Título.

CDU 616.314-002

## DEDICATÓRIA

*À minha família!*  
*meus pais Reumben e Derci,*  
*e minhas irmãs Karina e Luciana,*  
*minha maior inspiração*  
*e o meu porto seguro!*  
*Dedico o meu esforço,*  
*a minha gratidão,*  
*o meu amor!*

## AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

À **Deus**, pela minha vida, por me dar saúde e força todos os dias de minha existência e permitir realizar meus sonhos e construir minha caminhada ao lado de uma família amorosa e unida!

Ao meu grande pai **Reumben**, pelo exemplo de pai, de pessoa e de homem, que sempre me incentivou e apoiou, e nunca mediu esforços em nos encaminhar! Você é “o cara”, o paizão que toda filha poderia querer, a fortaleza em quem posso me espelhar, o alicerce das nossas vidas, e às vezes, o filho que queremos cuidar, por tanto amar!

À minha amada mãe **Derci**, ainda que tenha atravessado o “outro lado do caminho”, está tão perto em nosso coração, e certamente se orgulharia neste momento. Todo amor, todo afeto, toda doçura, toda beleza, toda força, toda dedicação de mãe, tudo isso você nos ensinou e sempre será para nós! Vou sempre sentir as suas asas protetoras e sua presença como um anjo em nossas vidas! Obrigada por tanto ter se doado incondicionalmente pra nós que aqui ficamos e nos ensinar o que é amar!

Às minhas lindas irmãs, **Karina e Luciana**, minhas companheiras, amigas, cúmplices, a quem sempre recorro e pude contar em todos os momentos. Sem o apoio e a convivência de vocês não poderia ou saberia superar as dificuldades, e com vocês pude crescer a cada dia. Agradeço a Deus que nos permitiu que estejamos unidas, ainda que fiquemos distantes; vocês serão sempre o meu apoio, quando estiver alegre ou triste, e a quem dedicarei e compartilharei todas as nossas conquistas!

À minha querida vizinha **Renildes**, pela amorosidade e pela torcida em tudo que realizamos!

À meu namorado **Thiago**, por todos os momentos que passamos juntos nesses quase 4 anos, depois de tanto tempo! Obrigada pelo incentivo para entrar no mestrado, por todo apoio na realização desse passo que planejei dar e por me dar força durante todo este tempo. Obrigada pela paciência e compreensão nos momentos de estresse e falta de tempo que compartilhamos, e por me tranquilizar e fazer seguir em frente! Mesmo distantes, nos sentimos tão perto, pois você tem sido mais que um namorado, mas meu amigo, companheiro e confidente, a quem quero do meu lado!

## AGRADECIMENTOS

Ao meu Orientador **prof. André Luís Faria e Silva**, por todas as oportunidades que me foram dadas e pela confiança depositada em mim na realização do curso de mestrado, mesmo sem me conhecer. Agradeço pela paciência com minhas dúvidas, pela gentileza, disponibilidade em ensinar e por todo o conhecimento compartilhado nas discussões com os orientados e durante toda a realização da dissertação. Meu sincero respeito e admiração pelo professor dedicado ao que faz e com quem muito aprendi!

À **Universidade Federal de Pelotas**, pela parceria estabelecida e por disponibilizar seus equipamentos e estruturas laboratoriais para a realização deste trabalho, na pessoa dos professores **Rafael Moraes, Maximiliano Cenci e Fabrício Ogliari**, que me abriram as portas da universidade e me acolheram super bem, em especial ao **prof. Rafael** que ajudou na condução da pesquisa, e o meu co-orientador **prof. Max**, pela generosidade, atenção, apoio, paciência e disponibilidade com que me recebeu. Obrigada pelo incentivo, pelos ensinamentos e colaboração imprescindível na realização deste trabalho!

Às duas “anjas” que me ajudaram na realização da pesquisa, **Tamires Maske** e **Cristina Isolan**, sem vocês nada teria dado tão certo, devo isso a vocês, gurias! Agradeço à Tamires pela crucial ajuda nos trabalhos da micro e colaboração em minhas constantes dúvidas!; e a Cristina, que participou e acompanhou todas as etapas comigo! Obrigada Cristina, por todo apoio, atenção, amizade, prestatividade, consolo, companhia, disponibilidade de ir até no fim de semana comigo pra faculdade! Obrigada por toda receptividade na sua cidade, pela companhia e os passeios nos fins de semana, e por me ensinar tanto! Desejo muito sucesso à vocês e agradeço de coração por tudo!

À todos os colegas, professores e funcionários da UFPel que direta ou indiretamente me receberam, ensinaram, contribuíram e me ajudaram a conduzir a pesquisa, em especial à **Marina Kaizer, Françoise van de Sande, Eliseu**

**Münchow, Lisia Lorea, Aline Ogliari, Andressa Goicochea, Júlia** e demais alunas da iniciação científica tanto da micro, como no CDC. Sem vocês não teria conseguido fazer no tempo planejado! Agradeço a generosidade, a simpatia com que me receberam e a simplicidade de todos vocês!

À **Universidade Federal de Uberlândia**, que disponibilizou seus equipamentos para realização de uma etapa deste trabalho, e à todos aqueles que ajudaram a realizar e estiveram envolvidos neste processo, em especial ao **prof. Carlos Soares** e a doutoranda **Aline Arêdes**. Muito obrigada pela ajuda e disponibilidade de vocês!

Às minhas grandes incentivadoras, **Ivanilde**, pelo apoio constante em tudo que esteve ao seu alcance durante todo este tempo, desde o começo quando pensei em fazer o curso. Obrigada, Shirra, pela sua presteza e generosidade!; e a **Glícia**, por me estimular, motivar e mostrar que eu poderia seguir este caminho! Obrigada!

Às amigas que acompanharam todo este percurso, **Denise e Manu**, por darem força, compreenderem meus lamentos e torcerem por mim. Obrigada por me ouvirem e confortar quando mais precisei e por rirem comigo nos momentos de descontração!

Às professoras **Rosa Bragança e Flávia Pardo** pelas contribuições valiosas dadas na qualificação deste trabalho e palavras de incentivo dirigidas a mim!

Aos **professores do Mestrado**, pelos ensinamentos transmitidos que de alguma forma contribuíram para minha formação acadêmica e profissional.

À todos os colegas da minha **turma de Mestrado**, pela convivência agradável, pela companhia, trabalhos juntos vivenciados e os bons momentos compartilhados!



À todos os **alunos da disciplina de Dentística** durante o estágio docente, que me permitiram exercitar os conhecimentos e aprender cada vez mais com momentos de descontração! Obrigada a todos por me ensinarem sobre ensinar!

Aos **funcionários** do Departamento de Odontologia, em especial, Vandí, Kátia e Máira, pela atenção e colaboração.

À Fundação de Apoio à Pesquisa e à Inovação Tecnológica do Estado de Sergipe (**FAPITEC**), pelo apoio financeiro à pesquisa.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (**CAPES**), pela concessão de apoio financeiro à pesquisa e nas minhas atividades de pós-graduação.

À **Universidade Federal de Sergipe**, que me proporcionou a realização deste curso.

Agradeço a todos que colaboraram direta ou indiretamente para a realização deste trabalho e para a minha formação!

## EPÍGRAFE

*“A persistência é uma idéia firme e  
constante de algo que se pretende fazer,  
mesmo na presença de dificuldades.*

*A satisfação reside no esforço,  
não no resultado obtido.*

*O esforço total é a plena vitória”.*

*Gandhí*

## RESUMO

A resistência de união de restaurações indiretas cimentadas com cimentos resinosos autoadesivos na dentina afetada por cárie tem sido pouco estudada, apesar de esta ser frequentemente encontrada em preparos cavitários. Para padronizar este tipo de substrato, protocolos *in vitro* de indução de cárie sob condições controladas são comumente empregados para testes de resistência de união. O objetivo deste estudo foi avaliar a resistência de união dos cimentos resinosos autoadesivos RelyX U200 e BisCem, e do cimento resinoso convencional RelyX ARC, na dentina afetada por cárie induzida artificialmente. Biofilmes de microcosmos originados da saliva de um doador, foram cultivados em condições de anaerobiose por 14 dias e formados sobre as amostras de dentina de terceiros molares humanos livres de cárie. Utilizou-se o regime de alimentação intermitente de sacarose à 1% em meio de cultura por 4 horas diárias. Cilindros de cada cimento resinoso foram confeccionados nas superfícies de dentina afetada por cárie ou hígida (n= 24). Os cilindros foram submetidos ao ensaio de microcisalhamento após 24 horas. A dureza Vickers (VHN) e módulo de elasticidade (E) foram medidos nos dois substratos avaliados até a profundidade 200 µm. Os dados de cisalhamento foram submetidos à Análise de Variância (ANOVA) de dois fatores, seguido pelo teste de comparações múltiplas de Student-Newman-Keuls (SNK), e o padrão de falha foi avaliado pelo teste Exato de Fisher e Qui-quadrado ( $P < 0,05$ ). Os dados de VHN e E foram submetidos a ANOVA de parcela subdivida e teste de SNK ( $P < 0,05$ ). A dentina afetada por cárie apresentou menores valores de VHN e E do que a dentina hígida até as profundidades de 50 e 100 µm, respectivamente. A resistência de união de todos os cimentos foi menor na dentina afetada por cárie que na dentina hígida. A resistência de união do RelyX U200 foi similar à do Relyx ARC e maior que a do BisCem, independente do substrato. Concluiu-se que os cimentos resinosos avaliados mostraram uma menor resistência de união na dentina afetada por cárie, que apresentou menores propriedades mecânicas que a normal próximo à superfície onde foi realizado os procedimentos de união.

**Descritores:** Resistência ao cisalhamento; Cimentos de resina; Cárie dentária

## ABSTRACT

The bond strength of indirect restorations luted with self-adhesive resin cements to caries affected dentin has been poorly studied, despite this substrate be frequently found in cavity preparations. To standardize this substrate type, *in vitro* protocols of caries induction under controlled conditions are commonly used for bond strength tests. The aim of this study was to evaluate the bond strength of self-adhesive resin cements RelyX U200 and BisCem, and regular resin cement RelyX ARC to caries-affected dentin induced artificially. A microcosm biofilm from saliva of a donator was inoculated over dentin samples from caries-free human third molars and cultivated under anaerobic conditions for 14 days. It was used a model with intermittent availability of 1% sucrose for 4 hours per day. Cylinders of each resin cement were build-up on sound and caries-affected dentin surface (n=24). The cylinders were submitted to microshear testing after 24 hours. Vicker's hardness (VH) and elastic modulus (E) were measured in both substrates until the depth of 200  $\mu\text{m}$ . Data of bond strength were submitted to two-way ANOVA followed by Student-Newman-Keuls (SNK) multiple comparisons test; and the failure mode was evaluated by Fisher's Exact and Chi-Square tests ( $P < 0.05$ ). Data of VH and E were submitted to split-plot ANOVA and SNK's test ( $P < 0.05$ ). Caries-affected dentin presented the lower values of VH and E than sound dentin until the depth of 50 and 100  $\mu\text{m}$ , respectively. The bond strength of all cements was lower on caries-affected dentin than sound dentin. Bond strength of RelyX U200 was similar to RelyX ARC and higher than BisCem, independently of substrate. In conclusion, the resin cements evaluated showed lowest bond strength values to caries-affected dentin, which presented lower mechanical properties than sound dentin near to surface where the adhesive procedures were performed.

**Key words:** Shear strenght; Resin cements; Dental caries.

# SUMÁRIO

<b>1. Introdução</b>	1
<b>2. Revisão da literatura</b>	3
2.1 Cimentos autoadesivos	3
2.2 Resistência de união de cimentos autoadesivos à estrutura dental	8
2.3 Estudos sobre dentina afetada por cárie natural X artificial	17
<b>3. Objetivo</b>	27
3.1 Objetivos Específicos	27
<b>4. Metodologia</b>	28
4.1 Delineamento experimental	28
4.2 Seleção e preparo dos dentes	28
4.3 Condições Experimentais	31
4.4 Materiais utilizados	31
4.5 Indução de dentina afetada por cárie	32
4.5.1 Estudo Piloto	33
4.5.2 Preparo das amostras experimentais para o desafio cariogênico	33
4.5.3 Processamento da saliva coletada e crescimento do biofilme	35
4.5.4 Confeção do meio DMM	37
4.6 Inclusão das amostras	38
4.7 Preparo dos substratos dentinários e manipulação dos cimentos resinosos	38
4.8 Confeção dos cilindros de cimentos resinosos	40
4.9 Teste de Microcissalhamento	43
4.10 Preparo das amostras e teste de microdureza	44

4.11 Análise Estatística	46
<b>5. Resultados</b>	48
5.1 Resistência de união	48
5.2 Padrão de falha	48
5.3 Dureza	49
<b>6. Discussão</b>	53
<b>7. Conclusão</b>	59
<b>Referências</b>	60
<b>Anexo A</b>	67
<b>Anexo B</b>	68
<b>Anexo C</b>	70

## 1 INTRODUÇÃO

O sucesso clínico de um procedimento restaurador indireto é influenciado pela técnica de cimentação usada para criar uma ligação entre a restauração e o preparo cavitário, sendo esta frequentemente realizada com cimentos resinosos.<sup>1</sup> Os cimentos resinosos, de acordo com a interação adesiva com o substrato dentário para cimentação, são divididos em cimentos resinosos convencionais, que utilizam o ácido fosfórico previamente à utilização do adesivo; cimentos resinosos autocondicionantes, usados após a aplicação de um primer/adesivo autocondicionante; e cimentos resinosos autoadesivos, usados sem a aplicação de qualquer sistema adesivo/primer.<sup>2</sup>

Os cimentos autoadesivos foram desenvolvidos com a intenção de simplificar o procedimento de cimentação adesiva pela eliminação das múltiplas etapas requeridas pelos cimentos resinosos tradicionais, economizando tempo e facilitando o seu uso pela aplicação em uma única etapa. Estes cimentos não necessitam de um pré-tratamento do substrato dentário previamente à sua inserção, reduzindo com isso a sensibilidade da técnica.<sup>3</sup> Tais materiais contêm monômeros ácidos funcionais que reagem com os íons cálcio do substrato dental, resultando em uma união química por reação de quelação<sup>4</sup>. Além disto, estudos tem demonstrado uma parcial desmineralização da *smear layer*, com a infiltração superficial na dentina produzindo baixa retenção micromecânica, devido à ausência de formação de uma camada híbrida efetiva e de prolongamentos resinosos.<sup>3, 5, 6</sup>

Quase sempre o substrato dentinário é envolvido nos procedimentos de cimentação devido à perda substancial de estrutura dental proporcionada pelo preparo cavitário. Entretanto, a dentina hígida, comumente avaliada em estudos de união, não é o substrato frequentemente encontrado nas situações clínicas.<sup>7-9</sup> A necessidade restauradora está geralmente associada a lesões cariosas, sendo que a dentina afetada por cárie não precisa ser completamente removida durante o preparo cavitário, a fim de preservar a vitalidade do tecido pulpar.<sup>10,11,12</sup> De acordo com os conceitos modernos de preparos cavitários minimamente invasivos que preservam ao máximo a estrutura dental,<sup>13</sup> é necessário remover

somente a camada externa infectada da dentina cariada, considerada não remineralizável, preservando a camada subjacente de dentina afetada por cárie, livre de bactérias e com capacidade de remineralização.<sup>14-16</sup>

A dentina afetada por cárie apresenta alterações em seu conteúdo mineral, como a presença de dentina intertubular hipomineralizada e de depósitos minerais ocluindo os túbulos dentinários.<sup>14,15,19</sup> Estudos têm demonstrado ainda a presença de fibrilas colágenas parcialmente desnaturadas na matriz orgânica da dentina afetada por cárie.<sup>19,20</sup> Os depósitos minerais nos túbulos dentinários afetados por cárie, produzidos durante o desenvolvimento da lesão, possuem uma forte resistência aos ácidos e atuam como uma barreira natural, reduzindo a infiltração destes, de bactérias e/ou seus produtos, além de interferirem com a formação de *tags* de resina.<sup>7,9,19,21</sup>

Uma das dificuldades em avaliar técnicas adesivas para união à dentina afetada por cárie envolve a obtenção de um substrato padronizado para os estudos de resistência de união.<sup>22</sup> Protocolos *in vitro* de indução de cárie artificial preparada sob condições controladas são empregados para padronizar as lesões de cárie em substratos para testes de resistência de união.<sup>17,18,23,24</sup> Assim, alguns estudos tem utilizado o modelo dinâmico de desmineralização e remineralização química com exposição cíclica à soluções des- e remineralizantes,<sup>22-25</sup> ou métodos de indução de cárie microbiológicos.<sup>8,17,18</sup> O modelo de culturas de biofilmes originados de microcosmos empregando saliva apresenta-se como uma alternativa apropriada para indução de cárie *in vitro* induzida artificialmente.<sup>26-28</sup>

A união entre o material restaurador e a dentina afetada por cárie, mantida eventualmente em preparos cavitários em função da preservação da vitalidade do tecido pulpar, é fundamental para o sucesso do tratamento restaurador indireto. No entanto, muito do conhecimento sobre a resistência de união de restaurações indiretas cimentadas com cimentos resinosos autoadesivos tem sido produzido a partir de estudos em dentina hígida.<sup>20</sup> Portanto, a literatura ainda carece de dados sobre o comportamento dos cimentos resinosos autoadesivos sobre o substrato dental afetado por cárie, que constitui um desafio para a união na prática clínica.



## 2 REVISÃO DE LITERATURA

### 2.1 Cimentos autoadesivos

Os cimentos autoadesivos foram introduzidos em 2002 como um novo subgrupo dos cimentos resinosos. Tais cimentos foram desenvolvidos com a intenção de facilitar os procedimentos de cimentação adesiva, então realizados com cimentos resinosos associados a sistemas adesivos, pois não necessitam de nenhum tratamento prévio na superfície do dente. Assim, a principal vantagem dos cimentos autoadesivos é a redução da sensibilidade da técnica, economizando tempo durante os procedimentos de cimentação de restaurações indiretas.

De Munck et al., em 2004<sup>3</sup> avaliaram a interação do cimento autoadesivo RelyX Unicem (3M ESPE, St Paul, MN, EUA) com a dentina, aplicando uma pressão de assentamento, por meio de microscopia eletrônica de alta resolução e a sua resistência de união por microtração ao esmalte e à dentina, comparada com um cimento resinoso autocondicionante Panavia F (Kuraray, Osaka, Japão). O cimento autoadesivo apresentou valores de resistência de união inferiores em relação ao cimento resinoso Panavia F quando aplicado sobre o esmalte, mas valores semelhantes para a dentina. Quando o ácido fosfórico foi aplicado sobre o esmalte previamente à cimentação com o RelyX Unicem, o valor aumentou e foi similar ao Panavia F. Porém, quando o mesmo procedimento foi executado sobre a dentina, houve diminuição da resistência de união, com prejuízo da efetividade da união atribuído a uma inadequada infiltração na rede de colágeno, revelada pela análise de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e de transmissão (MET). As observações por MEV e MET demonstraram que não houve uma distinta desmineralização e hibridização pelo cimento autoadesivo. Segundo os autores, o RelyX Unicem interage somente superficialmente com o esmalte e a dentina, e quando este cimento de alta viscosidade foi aplicado sobre a estrutura dental com pressão de assentamento, foi observada uma melhor adaptação do material na parede da cavidade, recomendando este procedimento para ser adotado clinicamente.

Em 2006, Goracci et al.<sup>29</sup> conduziram um estudo com o objetivo de avaliar a resistência de união e os aspectos morfológicos da interface estabelecida sobre o esmalte e a dentina de 2 cimentos autoadesivos e 1 autocondicionante, utilizados para cimentação de *overlays* de resina composta sob 2 pressões de assentamento próximas às observadas clinicamente. *Overlays* da resina Paradigm MZ100 (3M ESPE) foram cimentadas às superfícies de esmalte ou dentina de 48 molares humanos extraídos e não cariados, com os cimentos RelyX Unicem, Maxcem (Kerr; Orange, CA, EUA) e Panaiva F 2.0. Uma pressão de 20 ou 40 g/mm<sup>2</sup> foi mantida sobre a *overlay* através de um dispositivo criado para aplicação da carga, incubado a 37°C e 100% de umidade relativa, por um tempo de 5 minutos durante o período inicial da polimerização ativada quimicamente. As superfícies das *overlays* foram fotoativadas por 20 segundos para completar a polimerização. As amostras obtidas foram submetidas ao ensaio de microtração e analisadas por MEV. O tipo de cimento, a pressão de assentamento e a interação entre estes fatores tiveram significativa influência na resistência de união à dentina, com o RelyX Unicem e o Panaiva F2.0 superando o Maxcem. Os autores concluíram que a pressão de assentamento maior que a manual deve ser mantida durante todo o período de polimerização inicial do cimento para aumentar a resistência de união e adaptação de cimentos autoadesivos e autocondicionantes.

Gerth et al. (2006)<sup>30</sup> analisaram *in vitro* as propriedades físicas e químicas dos cimentos resinosos autoadesivo RelyX Unicem e o convencional Bifix (VOCO, Cuxhaven, Alemanha) com relação as suas composições, morfologias de superfície e reação de polimerização, além de avaliar a interação química destes materiais com a hidroxiapatita sintética, que representa o componente mineral inorgânico do dente. Os resultados demonstraram que cada componente dos produtos testados tem uma função específica em suas propriedades mecânicas e biológicas. Assim, no cimento autoadesivo testado, a presença de fluoretos pode ser um fator protetor para cárie; as substâncias radiopacas identificadas, estrôncio e lantânio, têm o papel de permitir diagnósticos de lesões cariosas; o agente antimicrobiano Ca(OH)<sub>2</sub> (hidróxido de cálcio) contribui para a biocompatibilidade do cimento; e a presença de polímeros após a reação de presa também foram identificados. Pôde-se observar uma intensa interação

química do RelyX Unicem com o cálcio da hidroxiapatita, o que pode ser clinicamente relevante e explicar as propriedades mecânicas deste cimento.

Radovic et al.<sup>1</sup>, em 2008, apresentaram uma revisão da literatura sobre os cimentos autoadesivos a fim de prover informações sobre suas propriedades. Segundo estes autores, baseados em resultados de estudos *in vitro*, a união de cimentos autoadesivos à dentina e vários materiais restauradores é satisfatória e comparável à de outros cimentos resinosos de aplicação em múltiplas etapas. No entanto, a união no esmalte parece ser o elo mais fraco nas propriedades de união dos cimentos autoadesivos. Um conceito interessante e clinicamente relevante, afirmado pelos autores, é a possibilidade de aumentar a união à dentina do cimento autoadesivo pela aplicação de maior pressão de assentamento. A fotoativação dos cimentos autoadesivos duais foi recomendada para procedimentos clínicos, por resultar em maior resistência de união do que a ativação apenas química, tanto para a dentina quanto para vários tipos de materiais cerâmicos. Além disso, o condicionamento ácido prévio à aplicação do cimento autoadesivo foi considerado prejudicial à união na dentina, ao contrário do esmalte. Os autores concluíram que os cimentos autoadesivos parecem oferecer uma abordagem promissora em procedimentos de restaurações indiretas, porém necessitam de investigações clínicas de longo prazo para uma recomendação geral do seu uso.

Monticelli et al. (2008)<sup>6</sup> realizaram uma comparação qualitativa das características da interface dentina/cimento de 4 cimentos autoadesivos e 2 autocondicionantes. As análises foram feitas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e pela técnica de coloração por microscopia óptica (MO) de tricromia de Masson que identifica especificamente a profundidade de descalcificação e infiltração ou o colágeno exposto na interface dentina e cimento. Para isto, cilindros da resina composta Gradia Direct Anterior (GC Corp, Tóquio, Japão) foram cimentados às superfícies de dentina de 30 terceiros molares humanos extraídos com os cimentos resinosos convencional Calibra (Dentsply, Konstanz, Alemanha), o autocondicionante Panavia F 2.0, ou os autoadesivos Multilink Sprint (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein), RelyX Unicem, G-Cem (GC Corp, Tóquio, Japão) e BisCem (Bisco, Schaumburg, IL, EUA). Os procedimentos de cimentação dos cilindros resinosos na dentina foram realizados sob uma pressão constante de 40g/mm<sup>2</sup> exercida durante os 5

minutos iniciais do período de polimerização. Foi observado que o condicionamento ácido prévio resultou em uma interface de união parcialmente infiltrada, diferente da conseguida com a aplicação de um primer autocondicionante. Nenhuma camada híbrida e/u formação de *tags* foi detectada nas interfaces de união com os cimentos autoadesivos. Além disso, concluiu-se que uma limitada descalcificação e infiltração ocorre na dentina subjacente para os cimentos autoadesivos, sendo estes incapazes de desmineralizar ou dissolver a *smear layer* completamente.

Os efeitos do tratamento de superfície da dentina sobre a resistência de união por microtração e sobre as características da interface de 3 cimentos autoadesivos foram investigados por Mazzitelli et al.<sup>32</sup>, em 2010. Foram realizadas análises por MEV e empregada a técnica de coloração por tricromia de Masson por MO, para identificar a profundidade de descalcificação e infiltração ou exposição de colágeno na interface dentina e cimento. As superfícies de dentina de 45 terceiros molares humanos extraídos foram tratadas com 0,1M de EDTA esfregado por 60 segundos, com ácido poliacrílico à 10% aplicado por 30 segundos ou sem tratamento (controle). Os cimentos autoadesivos RelyX Unicem, G-Cem e Bis-Cem foram utilizados para cimentar overlays da resina composta Aelite All-Purpose (Bisco, Schaumburg, IL, EUA) nas superfícies de dentina coronal profunda, na presença de pressão pulpar simulada (15 cm de H<sub>2</sub>O). Os resultados demonstraram que a resistência de união do RelyX Unicem não foi afetada pelos tratamentos de dentina testados. Observou-se que os cimentos autoadesivos não foram capazes de dissolver ou desmineralizar a *smear layer* e, nenhuma descalcificação e infiltração na dentina foi encontrada. De acordo com os autores, a viscosidade dos materiais prejudicou sua penetração na dentina. Concluiu-se que a remoção da *smear layer*, a abertura dos túbulos dentinários e o conteúdo de água da dentina influenciam diferentemente na resistência de união e nas características da interface dos cimentos autoadesivos com a dentina.

Ferracane et al. (2010)<sup>4</sup>, por meio de uma revisão da literatura sobre cimentos autoadesivos, verificaram a composição química e seus efeitos na reação de presa e na união destes cimentos à vários substratos. As propriedades físicas e biológicas também foram estudadas para ajudar a prever o seu desempenho clínico e características de manipulação. Segundo os autores, os

cimentos autoadesivos são compostos por monômeros mono, di- e/ou multi-metacrilatos ácidos funcionais, que reagem com o cálcio da estrutura dental e a carga de vidro através de uma reação ácido-base. O mecanismo de ação principal da reação de presa ocorre pela união química dos grupos ácidos com o cálcio da hidroxiapatita para formar uma ligação estável por quelação entre a rede de metacrilatos e a estrutura dental. Assim, os cimentos autoadesivos não formam uma clássica camada híbrida e apresentam uma limitada interação com o esmalte e a dentina, não formando prolongamentos resinosos (*tags*), porém apresentam uma boa interação química com o cálcio da hidroxiapatita. Com relação as propriedades de dureza, resistência e desgaste, os autores afirmaram que os cimentos autoadesivos são considerados inferiores aos cimentos resinosos convencionais, porém são em geral superiores aos cimentos de fosfato de zinco, policarboxilato e ionômero de vidro. Quanto à biocompatibilidade, poucos estudos foram avaliados, sugerindo-se que os cimentos autoadesivos seriam bem tolerados pela polpa dental desde que haja uma dentina subjacente suficiente para servir como barreira. No entanto, devido a sua alta viscosidade e falta de condicionamento profundo da dentina, é esperado que eles sejam melhor tolerados do que os cimentos resinosos que necessitam da etapa de condicionamento ácido prévio e aplicação de sistemas adesivos para a união.

Burgess et al. (2010)<sup>2</sup>, realizaram um trabalho de revisão da literatura, onde classificaram os cimentos resinosos em cimentos convencionais, quando utilizam o ácido fosfórico e um adesivo para unir o cimento ao tecido dental; cimentos autocondicionantes, quando um primer autocondicionante é aplicado a superfície do dente prévio ao uso do cimento; e autoadesivos, que não exigem nenhum tratamento prévio para unir ao substrato dental. Os autores apontaram como vantagens dos cimentos autoadesivos a simplificação dos procedimentos de união em uma única etapa, reduzindo os potenciais erros criados pela aplicação prévia de sistemas adesivos, economia de tempo e redução do risco de contaminação durante a aplicação. Como limitação, apresentam baixa resistência de união ao esmalte, se unindo melhor em dentina. De acordo com os autores, os cimentos autoadesivos provém maior retenção do que os ionômeros de vidro modificados por resina e são particularmente úteis na retenção de pinos endodônticos.

## 2.2 Resistência de união de cimentos autoadesivos à estrutura dental

Abo-Hamar et al. (2005)<sup>33</sup> avaliaram a resistência de união ao esmalte e a dentina do cimento autoadesivo RelyX Unicem, do cimento resinoso convencional Variolink II (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein), do autocondicionante Panavia F 2.0, do compômero Dyract Cem Plus (Dentsply, Konstanz, Alemanha) e do cimento de ionômero de vidro Ketac Cem Maxicap (3M ESPE, Seefeld, Alemanha). A avaliação da união, através do teste de cisalhamento, foi feita sem (24 horas após) ou após termociclagem (6.000 ciclos, 5 - 55°C). Os resultados na dentina não mostraram diferenças estatisticamente significantes entre o RelyX Unicem (10,8 MPa) e os cimentos Variolink II (15,1 MPa), Panavia F 2.0 (10,5 MPa) e Dyract Cem Plus (10,1 MPa), sendo que o Ketac Cem (4,1 MPa) mostrou os menores valores. A resistência de união em esmalte do RelyX Unicem, no entanto, foi significativamente menor (14,5 MPa) do que a do Variolink II (32,8 MPa), do Panavia F 2.0 (23,6 MPa) e do Dyract Cem Plus (17,8 MPa), porém maior que a do Ketac Cem (6,1 MPa). Após a termociclagem, a resistência de união não foi afetada na dentina para nenhum dos cimentos, mas diminuiu em esmalte para o RelyX Unicem. Os autores concluíram que o RelyX Unicem pode ser uma alternativa ao uso dos cimentos convencionais para cimentação de restaurações de cerâmica de alta resistência e metálicas, quando nenhum ou pouco esmalte está presente.

Em 2005, Walter et al.<sup>34</sup> compararam a união dos cimentos resinosos autoadesivo RelyX Unicem e o autocondicionante Panavia F com o cimento de ionômero de vidro modificado por resina FujiCem (GC Corp, Tóquio, Japão) na superfície da dentina coronária e radicular de incisivos bovinos. Os valores de resistência de união, obtidos com o ensaio de microtração de cada cimento, não diferiram entre a dentina radicular e coronária. No entanto, os autores observaram maiores valores de resistência de união para o RelyX Unicem na coroa (20,2MPa) e na raiz (19,1MPa), em relação ao Panavia F e o cimento de ionômero de vidro modificado por resina. Concluiu-se que embora existam diferenças entre os materiais testados, nenhuma diferença foi encontrada na resistência de união entre as dentinas coronal e radicular, não havendo

necessidade de tratar estas superfícies de maneiras diferente previamente à cimentação de restaurações indiretas.

Hikita et al. (2007)<sup>35</sup> analisaram a resistência de união, por meio do ensaio de microtracção, de diferentes marcas comerciais de cimentos resinosos cimentando blocos de 7 mm de espessura de MZ100 em esmalte e dentina de 42 terceiros molares humanos. Foram utilizados os cimentos Linkmax (GC, Tóquio, Japão), Nexus 2 (Kerr, Orange, CA, EUA), Panavia F, RelyX Unicem e Variolink II. Para alguns cimentos foram realizadas modificações no modo de aplicação, o que resultou em mais quatro grupos experimentais: associação do sistema adesivo Prompt L-Pop (3M ESPE, Seefeld, Alemanha) e RelyX Unicem; aplicação de condicionamento ácido fosfórico a 35% por 15 segundos, seguido da aplicação do RelyX Unicem; associação do sistema adesivo Optibond Solo Plus (Kerr, Orange, CA, EUA) e cimento resinoso Nexus 2; condicionamento com ácido fosfórico a 40% por 10 segundos associado com o cimento resinoso Panavia F. Quando a união à dentina foi avaliada, as condições experimentais não foram diferentes umas das outras exceto para os grupos que foram aplicados o Variolink II (1,1MPa) e o RelyX Unicem associado ao condicionamento ácido (5,9MPa). As médias de resistência de união dos grupos experimentais que empregaram condicionamento ácido seguido do cimento, e que aplicaram o sistema adesivo e o cimento resinoso Nexus 2 (15MPa) e, somente o cimento resinoso RelyX Unicem (19,6MPa), foram as menores, apresentando diferenças estatísticas em relação aos outros grupos. Para o RelyX Unicem, a aplicação do sistema adesivo Prompt L-Pop resultou no aumento da resistência de união para 23,5MPa, não apresentando diferença estatística em relação ao grupo que aplicou o RelyX Unicem sem tratamento de superfície. A resistência de união para o cimento autoadesivo na superfície da dentina resultou em 15,9 MPa, que não diferiu dos outros cimentos, porém reduziu quando realizado o condicionamento ácido prévio. Com os resultados obtidos, os autores concluíram que seguindo o correto procedimento de aplicação, todos os cimento testados (convencionais, autocondicionantes e autoadesivo) foram igualmente efetivos na união ao esmalte e a dentina.

Piwowarczky et al. (2007)<sup>31</sup> verificaram o efeito da fotoativação na resistência de união de cimentos resinosos de polimerização dual e examinaram a união em longo prazo do cimento autoadesivo RelyX Unicem comparado com

os cimentos resinosos RelyX ARC (3M ESPE, Seefeld, Alemanha), Nexus 2, Panavia F, Variolink II, Calibra e o compômero Permacem (DMG, Hamburg, Alemanha), unidos à superfície de dentina de molares humanos. Metade das amostras de polimerização dual foram fotoativadas por 80 segundos com a unidade fotoativadora Elipar Trilight (3M ESPE, Seefeld, Alemanha), à uma distância de 5mm da fonte de luz, e a outra metade foi polimerizada apenas por ativação química. Em seguida, as amostras foram armazenadas por 150 dias em água destilada à 37°C, sendo que metade sofreram processo de termociclagem por 37.500 ciclos térmicos antes do ensaio de cisalhamento. O cimento autoadesivo RelyX Unicem, nas duas condições de envelhecimento testadas, obteve valores de resistência de união à dentina comparável aos dos outros cimentos testados. As amostras fotoativadas obtiveram maiores valores médios de resistência de união do que as não fotoativadas. Os autores concluíram que a resistência de união aos tecidos duros do dente depende dos agentes cimentantes usados e que os cimentos de polimerização dual conseguiram melhor resistência de união quando a fotoativação é realizada.

O trabalho de Holderegger et al. (2008)<sup>36</sup> testou a influência do envelhecimento na capacidade de união do cimento autoadesivo RelyX Unicem comparado com os cimentos resinosos convencionais RelyX ARC, Multilink e Panaiva 21 e a influência do operador na qualidade da união dos cimentos pelo teste de cisalhamento realizado em diferentes locais. Foram utilizados 160 terceiros molares humanos, que após a cimentação de cilindros de 3,55 mm de diâmetro e 4 mm de altura de cada cimento à dentina, foram armazenados em água por 24 horas, à 37°C. Metade das amostras foi sujeita a termociclagem por 1500 ciclos de 5°C à 55°C. Os resultados demonstraram que sem fotoativação, o RelyX Unicem exibiu a menor resistência de união por cisalhamento à dentina dentre todos os cimentos testados, porém, ele foi mais confiável e o menos influenciado pela termociclagem e o operador, ou seja, sua resistência de união foi menos sensível às variações na manipulação e envelhecimento.

Mazzitelli et al. (2008)<sup>5</sup> objetivando determinar a efetividade da união de 4 cimentos autoadesivos à dentina na presença de pressão intrapulpar hidrostática (PIH) simulada, utilizaram 30 *overlays* da resina Aelite All-Purpose cimentadas em superfícies de dentina coronal profunda com os cimentos autoadesivos Multilink Sprint, BisCem, G-CEM, RelyX Unicem e o cimento



resinoso convencional Calibra. Metade das amostras (n=15) recebeu PIH de 15 cm de H<sub>2</sub>O para o procedimento de cimentação, sob uma carga constante de 1 kg (0,098 MPa) durante 5 minutos e, após 1 mês de armazenagem à 37°C e 100% de umidade relativa, foram submetidas ao teste de resistência à microtração. Os resultados demonstraram que a PIH simulada influenciou o desempenho adesivo dos cimentos resinosos, sendo que o Calibra diminuiu a resistência de união quando a pressão simulada foi aplicada, o RelyX Unicem e o BisCem melhoraram seu desempenho quando aplicado a PIH, enquanto que o Multilink Sprint e o G-CEM não apresentaram diferenças com e sem a presença de PIH. Concluiu-se que a PIH simulada influenciou o desempenho adesivo dos cimentos resinosos, devendo este fator ser considerado quando simulações de procedimentos de união *in vitro* são realizadas e na sua aplicação em dentes vitais e não vitais.

D'Arcangelo et al. (2009)<sup>37</sup> investigaram o efeito de 4 tipos de cimentos resinosos duais na resistência de união pelo teste de microtração de discos de resina composta ou cerâmica de vidro reforçada por leucita à dentina. Os discos foram cimentados na dentina hígida de 40 molares humanos, após o preparo da superfície dos discos de acordo com as instruções do fabricante, com os cimentos CoreXFlow (Dentsply, Konstanz, Alemanha), Enacem HF (Micerium, Avegno, Gênova, Itália), Panavia F 2.0 e RelyX Unicem. A análise estatística indicou que a resistência de união foi afetada significativamente pelo tipo de cimento empregado, tanto para resina composta como cerâmica. Os valores da resistência de união dos cimentos CoreXFlow e Enacem HF não diferiram entre si e foram significativamente maiores que o Panaiva F 2.0 e RelyX Unicem, quando cimentados na resina composta. Para a cerâmica, o RelyX Unicem obteve o maior valor de resistência de união. Com base nos resultados, concluiu-se que os cimentos resinosos convencionais podem ser sugeridos para a cimentação de restaurações indiretas de resina composta e o cimento autoadesivo pode ser indicado para a cimentação de restaurações de cerâmica reforçada por leucita.

O objetivo do estudo de Viotti et al. (2009)<sup>38</sup> foi avaliar a resistência de união à dentina pelo teste de microtração de 6 cimentos autoadesivos (RelyX Unicem; RelyX U100; SmartCem 2 (Dentsply, Milford, Del, EUA); G-Cem; Maxcem e SeT (SDI Ltd, Bayswater, Australia)) comparados com um cimento

resinoso convencional (RelyX ARC) e um autocondicionante (Panavia F). Um grupo adicional incluiu o uso de um sistema adesivo de primer autocondicionante (Clearfil SE Bond, Kuraray) prévio à aplicação do Panavia F. Discos da resina composta Filtek Z250 (3M ESPE) de 12mm de diâmetro e 5 mm de espessura foram cimentados à superfície de dentina de 54 molares humanos (n=6) e armazenados por 24 horas prévio ao teste de microtração. Houve um predomínio de falhas adesivas entre o cimento e a dentina nos cimentos autoadesivos. A maioria dos cimentos autoadesivos produziram valores significativamente menores de resistência de união do que os cimentos resinosos convencionais de aplicação em multi-etapas. De acordo com os resultados obtidos, concluiu-se que os cimentos autoadesivos deveriam ser evitados para cimentação de restaurações indiretas em preparos não retentivos.

A proposta do estudo de Lührs et al. (2010)<sup>39</sup> foi avaliar a resistência de união ao esmalte e dentina de uma cerâmica reforçada por leucita (Cergo, DeguDent, Hanau, Alemanha) cimentada com cimentos resinosos autoadesivos em esmalte e dentina de 60 molares humanos sem cárie. Os cimentos autoadesivos utilizados (n=10) foram o RelyX Unicem, Maxcem Elite, iCem (Heraeus, Hanau, Alemanha) e um cimento experimental (Voco, Cuxhaven, Alemanha), comparados com os cimentos resinosos autocondicionantes Variolink II/Syntac Classic e o Panavia F 2.0. As amostras de cerâmica cimentadas foram armazenadas em água destilada à 37°C, por 24 horas, antes do teste de cisalhamento. Análise das fraturas foi realizada por MO, demonstrando principalmente falhas adesivas entre os cimentos autoadesivos e a superfície de esmalte e dentina. O cimento Variolink II obteve os maiores valores de resistência de união (42,9 +/- 9 MPa) em esmalte e o iCem o menor valor (10,5 +/- 4,2 MPa). Na dentina, o maior valor foi para o Variolink II (39,2 +/- 8,9 MPa) e o menor para o cimento experimental (7,8 +/- 3,9 MPa). Os resultados mostraram que a resistência de união pelo teste de cisalhamento dos cimentos autoadesivos foi inferior à dos cimentos resinosos convencionais tanto em esmalte quanto em dentina.

A resistência de união de cimentos resinosos duais autoadesivos e autocondicionante em restaurações indiretas de resina, quando o cimento foi ou não fotoativado, foi mensurada por Aguiar et al. (2010).<sup>40</sup> As superfícies de dentina oclusal de 56 terceiros molares humanos extraídos foram cimentadas

com discos de 2mm de espessura da resina composta Sinfony (3M ESPE). Os cimentos utilizados foram os autoadesivos RelyX Unicem, BisCem e G-Cem, e o autocondicionante Panavia F 2.0. Os cimentos foram fotoativados por 40 segundos através dos discos de resina, após a aplicação de uma carga de 500g por 5 minutos, ou foram polimerizados apenas por ativação química, 24 horas antes do ensaio de microtração. Os resultados demonstraram que a resistência de união do RelyX Unicem e do BisCem não foi afetada pelo modo de polimerização, enquanto a fotoativação aumentou significativamente a resistência de união do Panavia F 2.0 e do G-Cem. No geral, os cimentos autoadesivos não proporcionaram resistência de união significativamente maior do que a do cimento resinoso convencional, e os cimentos RelyX Unicem e BisCem obtiveram menores valores de resistência de união do que os outros cimentos, independentemente do modo de polimerização.

Sarr et al. (2010)<sup>41</sup> determinaram a efetividade da união de restaurações cerâmicas à dentina de molares humanos pelo teste de resistência de união à microtração de 9 cimentos resinosos. Os cimentos utilizados para a cimentação de blocos de cerâmica feldspática foram os autoadesivos RelyX Unicem, Maxcem, Monocem (Shofu, Kyoto, Japão) G-Cem e Multilink sprint; os autocondicionantes Panavia F 2.0 e Clearfil Esthetic (Kuraray, Tóquio, Japão); e os convencionais Calibra e Variolink II. Um adesivo autocondicionante combinado com uma restauração de resina composta (Clearfil SE + Clearfil APX, Kuraray) foi utilizado como controle. Os maiores valores de resistência de união foram obtidos pelo grupo controle. Os cimentos resinosos de aplicação em multi-etapas obtiveram maiores valores de resistência de união comparado aos autoadesivos, exceto para o G-Cem e o RelyX Unicem que tiveram desempenho similar aos convencionais. Os autores concluíram que dependendo do cimento, uma adequada resistência de união imediata da cerâmica à dentina pode ser obtida, mesmo com cimentos autoadesivos que não usam um sistema adesivo previamente a sua inserção.

Makishi et al. (2010)<sup>42</sup> compararam a resistência de união pelo teste de microcisalhamento do cimento autoadesivo RelyX Unicem e do cimento autocondicionante Panavia F 2.0, além de avaliar a capacidade de selamento da dentina em curto prazo por microscopia eletrônica por emissão de campo (FE-SEM) e espectroscopia de energia dispersiva de raios-x (EDS). Cilindros de *inlay*

de resina composta (Estenia C&B, Kuraray, Okayama, Japão) de 1mm de espessura foram cimentados à superfície média da dentina de 26 terceiros molares humanos. Nenhuma diferença estatisticamente significativa foi observada na resistência de união pelo teste de microcissalhamento entre os cimentos RelyX Unicem e o Panavia F 2.0 (24,9 +/- 4,8 e 26,1 +/- 5,3 MPa, respectivamente,  $p > 0.05$ ). No entanto, uma diferença significativa foi detectada na porcentagem de penetração da partícula de prata (nanoinfiltração) na interface cimento/dentina entre o RelyX Unicem e o Panavia F 2.0 (7,4 +/- 4,6 e 18,7 +/- 8,7 MPa, respectivamente), com ausência de infiltração de resina na fina camada formada na interface do cimento autoadesivo. Os autores concluíram que os dois materiais mostraram diferentes padrões de falha, embora com desempenho de união semelhantes, e afirmaram que o cimento autoadesivo proporcionou um melhor selamento da dentina comparado ao Panavia F 2.0.

Türkmen et al. (2011)<sup>43</sup> estudaram a resistência de união pelo teste de tração de blocos de resina composta indireta Estenia cimentados à dentina de 70 terceiros molares inferiores com 3 tipos de cimentos autoadesivos: RelyX Unicem, Maxcem e Embrace Wet Bond (Pulpdent, Watertown, MA, EUA). Como controles, 4 grupos foram formados utilizando blocos de resina composta direta Alert (Jeneric/Pentron Inc., Wallingford, CT, EUA) cimentados com o cimento resinoso convencional Cement-It (Jeneric/Pentron Inc.) associado aos sistemas adesivos Bond-1 Primer/Adesivo (Jeneric/Pentron Inc.), Nano-Bond (Jeneric/Pentron Inc.) ou os sistemas adesivos anteriores sem a presença do cimento resinoso. O padrão de falha foi avaliado por MEV. Os resultados mostraram que as restaurações de resina indiretas cimentadas com cimentos autoadesivos obtiveram melhores resultados de resistência de união comparados aos grupos controles ( $p < 0,05$ ). Falhas coesivas foram observadas nas restaurações de resina composta direta, mas não nas restaurações indiretas. Como conclusão, os autores afirmaram que os cimentos autoadesivos podem ser considerados uma alternativa para cimentar restaurações indiretas de resina composta em superfícies de dentina não preparadas.

De Angelis et al. (2011)<sup>44</sup> utilizaram o teste de resistência de união por microtração para comparar os cimentos autoadesivos iCEM, MaxCem e RelyX Unicem com os cimentos resinosos convencionais EnaCem HF e o autocondicionante Panavia F 2.0. Discos de 5 mm de diâmetro e 10 mm de altura

da resina composta microhíbrida HFO UD3 (Micerium, Avegno, Gênova, Itália) e da cerâmica de vidro reforçada por leucita IPS e.Max (Ivoclar Vivadent, Solna, Suécia) foram preparados e cimentados na superfície da dentina de molares humanos de acordo com os fabricantes. Análise do modo de falha foi feita por MEV, após o teste de microtração. Os resultados demonstraram que o RelyX Unicem obteve valores de falhas prematuras comparáveis com as do EnaCem HF e Panavia F 2.0, porém menores entre os cimentos autoadesivos. A resistência de união dos cimentos resinosos tradicionais (EnaCem HF e Panavia F 2.0) foi melhor do que a dos cimentos autoadesivos. A resistência de união do RelyX Unicem foi estatisticamente igual ou superior a dos outros cimentos autoadesivos quando as falhas prematuras foram incluídas no cálculo do valor médio, porém este valores continuaram piores estatisticamente do que o dos cimentos resinosos de multietapas. Os autores concluíram que os cimentos autoadesivos ainda devem ser considerados um grupo heterogêneo de cimentos resinosos devido as diferenças na reação de presa, composição química e pH.

Vaz et al. (2012)<sup>45</sup> investigaram a resistência de união à microtração de restaurações indiretas de resina composta Symphony à dentina de 39 terceiros molares humanos, cimentados com o cimento resinoso autopolimerizável C&B Cement (Bisco, Inc., Schaumburg, IL, EUA) e o sistema adesivo All-Bond 2 (Bisco); o cimento resinoso convencional RelyX ARC associado ao sistema adesivo Adper Single Bond 2 (3M ESPE); ou o cimento autoadesivo RelyX Unicem. As amostras foram armazenadas em água à 37°C por 24 horas e 30 dias para realização do teste de microtração. Análise da micromorfologia da interface cimento resinoso/dentina foi realizada por MEV. Após 24 horas, o cimento RelyX ARC/Adper Single Bond 2 apresentou valores significativamente maiores do que os outros cimentos. Após 30 dias de armazenagem em água, a resistência de união do C&B Cement aumentou significativamente, porém o RelyX Unicem e o RelyX ARC não apresentaram diferenças estatisticamente significantes em relação a avaliação dos mesmos grupos em 24 horas. Nenhuma camada híbrida distinta com *tags* de resina foram observados na interação do RelyX Unicem com a dentina, ao contrário dos outros cimentos. A maioria das fraturas após o teste de microtração foi do tipo coesiva no cimento, para o RelyX Unicem. Pôde-se concluir que apesar do cimento autoadesivo RelyX Unicem não

exibir uma autêntica camada híbrida, ele foi capaz de promover união com a dentina subjacente.

Farrokh et al. (2012)<sup>46</sup> compararam a resistência de união dos cimentos autoadesivos RelyX Unicem, Maxcem e Multilink Sprint com o cimento resinoso convencional Variolink II associado com o sistema adesivo Excite DSC, através do teste de cisalhamento. As superfícies de dentina de 40 terceiros molares humanos foram cimentadas com cada cimento formando cilindros de 3,35 mm de diâmetro e 2,0 mm de altura. As amostras foram termocicladas por 1000 ciclos de 5°C à 55°C antes do teste de cisalhamento, e analisadas para verificação do padrão de falha por MO. A média dos valores de resistência de união do Variolink II (12,95 +/-2,64 MPa) foi significativamente maior que a dos outros grupos (P<0,05). As médias de resistência de união do Maxcem e Multilink Sprint não mostraram diferenças entre si (3,01 +/-0,90 e 4,60 +/-0,75 MPa, respectivamente - P<0,05), e foram significativamente menores que a do RelyX Unicem (6,73 +/-0,79 MPa). Houve um predomínio de falhas do tipo adesiva entre os cimentos autoadesivos. Após análise dos resultados, os autores concluíram que a resistência de união dos 3 cimentos autoadesivos testados foi significativamente menor que a do cimento convencional, e ainda, o RelyX Unicem teve um desempenho melhor de resistência de união ao cisalhamento que o Maxcem e Multilink Sprint na dentina.

Fuentes et al. (2013)<sup>47</sup> determinaram a resistência de união pelo teste de microtração à dentina de 3 cimentos autoadesivos e um cimento resinoso convencional após diferentes tratamentos da superfície de *overlays* de resina composta. Foram preparados cilindros da resina Filtek Z-250 de 8 mm de diâmetro e 4 mm de altura, cimentados com o RelyX Unicem, MaxCem Elite, G-Cem e RelyX ARC. A superfície foi tratada com a aplicação do silano RelyX Ceramic Primer (3M ESPE), seguido pelo adesivo Adper Scotchbond 1 XT (3M ESPE), ou deixada sem tratamento (controle). Os resultados demonstraram que o RelyX ARC obteve as maiores médias de resistência de união à microtração, enquanto a resistência de união dos cimentos autoadesivos RelyX Unicem, MaxCem Elite e G-Cem foram comparáveis entre si e significativamente menores que a do RelyX ARC. O tratamento de superfície e sua interação com os cimentos não afetaram significativamente resistência de união à dentina. Houve um predomínio de falhas adesivas entre o cimento e a dentina para os cimentos

autoadesivos. Os autores concluíram que o tratamento de superfície das restaurações indiretas de resina composta não melhora a resistência de união à dentina e que os cimentos autoadesivos testados obtiveram menor resistência de união do que o cimento resinoso convencional RelyX ARC, além de uma alta prevalência de falhas adesivas.

### 2.3 Estudos sobre dentina afetada por cárie

Nakajima et al. (2000)<sup>48</sup> realizaram testes de microtração em dentina afetada por cárie e hígida, com condicionamento dos substratos com ácido fosfórico a 10% ou 35% previamente à aplicação do adesivo Single Bond e ácido fosfórico a 10% ou 32% para o adesivo One Step (Bisco, Schaumburg, IL, EUA), procurando avaliar a relação entre tipos de dentina, diferentes concentrações de ácido e morfologia da camada híbrida na resistência adesiva. A resistência de união promovida pelos adesivos Single Bond e One Step apenas apresentou diferenças entre dentina afetada por cárie e dentina hígida quando aplicado o ácido fosfórico em menor concentração, a 10%, enquanto que a utilização de ácido fosfórico a 32% ou 35% promoveu valores de união sem diferença significativa entre dentina normal e afetada por cárie, para ambos adesivos. Os testes de microdureza realizados em dentina afetada por cárie apresentaram valores inferiores aos obtidos em dentina normal. A análise em MEV revelou uma dissolução na região média da camada híbrida quando aplicado o ácido a 10 %, após desproteinização da mesma em solução de hipoclorito de sódio a 5%, durante 5 minutos. Segundo os autores, os diferentes ciclos de desmineralização e remineralização que ocorrem durante o desenvolvimento de lesões de cárie podem produzir largos cristais minerais de cálcio e fosfato que são menos solúveis ao ácido do que a apatita normal.

Yoshiyama et al.(2000)<sup>49</sup> estudou a morfologia de interface e a resistência de união por microtração de um sistema adesivo autocondicionante (Fluoro Bond, Shofu Inc., Kyoto, Japão) e de um convencional de frasco único (Single Bond) em dentina afetada por cárie. Molares humanos extraídos cariados foram restaurados com os sistemas adesivos citados. Após a construção de um bloco de resina composta AP-X sobre as superfícies, os dentes foram armazenados em água a 37°C por um dia, e submetidos ao ensaio de microtração. As

interfaces de resina e dentina foram analisadas em MEV. A resistência de união dos sistemas adesivos estudados exibiu valores superiores em dentina hígida comparados aos valores obtidos em dentina afetada por cárie. A análise em MEV revelou que uma típica camada híbrida e *tags* formados em dentina hígida podem não ser encontrados em dentina afetada por cárie. De acordo com os autores, os resultados sugerem que a penetração de resina pode ser impedida pela presença de depósitos minerais nos túbulos, que podem proporcionar resistência à ação dos ácidos na matriz intertubular.

Em 2002, Yoshiyama et al.<sup>16</sup> pesquisaram a resistência de união por microtração e a ultraestrutura da interface de união de um adesivo autocondicionante experimental e um convencional (Single Bond) à dentina cariada (infectada e afetada) e hígida. Os 16 molares humanos extraídos e com cárie na dentina coronal, tiveram a cárie identificada pelo critério combinado de avaliação da dureza por sonda exploradora, exame visual e coloração com solução detectora de cárie (Caries Detector, Kuraray, Osaka, Japão). A dentina amolecida e vermelha escura foi classificada como infectada, enquanto a descolorida, e mais dura que a corada em rosa, foi classificada como afetada. A dentina circundante, amarela e dura foi classificada como hígida. Blocos da resina composta Clearfil AP-X foram confeccionados com 3 incrementos de 1,5mm de espessura, sobre as superfícies da dentina com os adesivos previamente aplicados. Os resultados demonstraram que a resistência de união de ambos adesivos à dentina hígida foi significativamente maior do que a afetada por cárie, a qual foi significativamente maior do que a infectada por cárie. Observou-se, por MET das interfaces de resina/dentina para ambos adesivos, que a camada híbrida formada na dentina afetada por cárie foi mais espessa, porém mais porosa que a dentina hígida, e com túbulos dentinários frequentemente obliterados com depósitos minerais. Concluiu-se que a menor resistência de união pode ser devido a menor resistência à tração da dentina afetada por cárie.

A resistência de união por microtração de adesivos autocondicionantes e de convencionais foi avaliada por Ceballos et al. (2003),<sup>21</sup> nas dentinas hígida e afetada por cárie. Os dados de resistência de união foram correlacionados com a fluorescência a laser (DIAGNOdent, KaVo, Biberach, Alemanha) e a microdureza Knoop para medir o grau de desmineralização da dentina afetada



por cárie, após a união com a resina composta. Utilizaram-se 60 molares humanos extraídos, com dentina cariada na porção coronal, sendo a mesma identificada pelos critérios combinados do exame visual e coloração com o evidenciador fucsina a 0,5%, até a dentina relativamente dura e não corada ser obtida. Os sistemas adesivos aplicados foram os convencionais de 1 frasco, Prime & Bond NT (Dentsply, Konstanz, Alemanha) e Scotchbond 1, os autocondicionantes de dois passos Clearfil SE Bond e de um passo Prompt L-Pop. Coroas da resina composta Tetric Ceram (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein), de 3 a 5 mm de altura, foram unidas com as superfícies de dentina para realizar o teste de resistência de união. Os adesivos convencionais produziram maior resistência de união do que os autocondicionantes e todos os adesivos atingiram maior resistência de união na dentina hígida do que na afetada por cárie, sem diferenças significantes para o Prime & Bond NT e o Clearfil SE Bond. Valores mais altos de fluorescência a laser foram correlacionados com menores valores de microdureza Knoop registrados na dentina afetada por cárie comparada à hígida, porém não puderam ser correlacionados com a resistência de união na interface resina/dentina na dentina afetada por cárie. Concluiu-se que os adesivos produziram maior resistência de união na dentina hígida do que na afetada por cárie.

Arrais et al. (2004)<sup>19</sup> verificaram os efeitos do condicionamento ácido adicional e estendido na resistência de união por microtração de 2 sistemas adesivos na dentina hígida e afetada por cárie. Superfícies de dentina afetada por cárie circundadas por dentina hígida, de 36 terceiros molares humanos extraídos, foram identificadas pela remoção da dentina amolecida e infectada pelos critérios combinados de exame visual e dureza de superfície, usando uma sonda exploradora. As superfícies de dentina foram hibridizadas com os sistemas adesivos autocondicionante Clearfil SE Bond e o convencional de 2 passos Single Bond de acordo com as instruções do fabricante (controles). Condicionamento adicional com ácido fosfórico à 35% por 15 segundos para o Clearfil SE Bond, e de 45 segundos para o Single Bond, foram avaliados em outros 2 grupos. Blocos da resina composta TPH Spectrum (Dentsply Caulk, Milford, DE, EUA) foram unidos nas superfícies de dentina com os sistemas adesivos nas 4 condições citadas e, submetidos ao ensaio de microtração e análise por MEV. Os resultados demonstraram que os condicionamentos

adicional e estendido aumentaram significativamente a resistência de união à dentina afetada por cárie. No entanto, a resistência de união de ambos adesivos na dentina afetada por cárie foi significativamente menor do que na dentina hígida.

Sattabanasuk et al. (2005)<sup>50</sup> estudaram a resistência de união de adesivos resinosos à dentina cariada produzida *in vitro* através de soluções desmineralizantes. Discos de dentina oclusal de 16 terceiros molares humanos extraídos foram imersos em uma solução de ácido acético à 0,1mol/L por diferentes períodos (12, 24, 48 ou 96 horas) para criar uma camada de dentina desmineralizada em várias profundidades. O pH foi ajustado à 4,5, para somente remover os minerais, mas não causar dissolução ou desnaturação do colágeno. Avaliações da profundidade de desmineralização foram feitas por MEV. Foram empregados 60 dentes para obter discos de dentina utilizados no ensaio de resistência de união por microcisalhamento, com indução de desmineralização pelo mesmo processo descrito. Cilindros da resina composta Clearfil AP-X foram unidos às superfícies de dentina com os sistemas adesivos autocondicionantes Clearfil SE Bond e OptiBond Solo Plus, e o convencional OptiBond Solo Plus. A profundidade de desmineralização aumentou com o prolongamento do tempo de desmineralização. As análises por MEV mostraram que os adesivos não puderam infiltrar-se completamente ao longo de toda a profundidade da camada de dentina desmineralizada e não houve a deposição de cristais minerais ácido-resistentes no interior dos túbulos dentinários, como ocorre no processo de cárie natural. A resistência de união na dentina desmineralizada cariada artificialmente diminuiu com a progressão da profundidade de desmineralização.

Erhardt et al. (2008a)<sup>22</sup> examinaram o modelo *in vitro* de ciclos de pH para simulação de superfícies de dentina afetada por cárie (DAC), comparando a resistência de união por ensaio de microtração dos sistemas adesivos convencionais à base de etanol ou acetona Excite (Ivoclar/Vivadent, Schaan, Liechtenstein), e Prime & Bond NT respectivamente, na dentina hígida e na DAC criada artificialmente. Foram utilizados 24 incisivos bovinos não cariados, restaurados com a resina composta Filtek Z-250 formando um grupo controle, onde a dentina hígida foi imersa em saliva artificial, e um grupo experimental que recebeu indução para a condição de DAC. O modelo dinâmico de ciclos de pH compreendeu 8 ciclos de desmineralização por 3 horas, seguido por

remineralização por 45 horas. A microdureza Knoop da dentina foi determinada por avaliação do corte transversal das amostras e a morfologia da interface resina-dentina foi avaliada por MEV. Os resultados demonstraram que a dentina hígida produziu significativamente maior resistência de união do que a DAC para ambos adesivos avaliados, sem diferenças entre os materiais. A DAC exibiu menor microdureza do que a hígida. As análises morfológicas mostraram diferenças marcantes entre a dentina hígida e a DAC nas interfaces de união. Concluiu-se que o modelo *in vitro* proposto de ciclagem de pH pode ser um método apropriado para simular superfícies de DAC em testes de união. De acordo com os autores, o tipo de dentina e sua estrutura histológica pode ter um papel importante no desempenho de união dos materiais adesivos resinosos, pois tanto a permeabilidade dos túbulos quanto o conteúdo mineral da dentina intertubular são fatores importantes na união.

A longevidade da união à dentina afetada por cárie e à hígida de adesivos autocondicionantes e de condicionamento total foi avaliada por Erhardt et al. (2008b),<sup>51</sup> após o período de 6 meses de armazenagem em água. Foram utilizados 144 molares humanos cariados e extraídos, onde o adesivo convencional Adper Scotchbond 1, e os autocondicionantes Clearfil Protect Bond e AdheSE (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) foram aplicados na superfície da dentina para unir blocos de 6 mm de altura da resina composta Tetric Ceram. A dentina afetada por cárie foi identificada pelos critérios combinados de avaliação da dureza por sonda, exame visual e coloração com solução evidenciadora de cárie (Caries Detector/ Kuraray). A dentina descolorida e mais dura que a corada em rosa foi classificada como dentina afetada por cárie e a dentina circundante, dura e amarelada, classificada como hígida. As amostras foram armazenadas por 24 horas ou 6 meses, e sujeitas ao teste de resistência de união por microtração. A qualidade da dentina abaixo dos corpos de prova fraturados foi mensurada por microdureza Knoop e, análises fractográficas e avaliações da nanoinfiltração na interface de união foram feitas por MEV. Secções de 10 mm de espessura das amostras de dentina e resina unidas foram coradas com tricromo de Masson e examinadas por MO, para avaliar qualitativamente a exposição de colágeno e a penetração do adesivo. A resistência de união da dentina hígida foi significativamente maior do que a dentina afetada por cárie, para todos os adesivos. As amostras unidas na dentina

afetada por cárie apresentaram uma diminuição significativa da resistência de união ao longo do tempo. Menores valores de microdureza foram registrados na dentina afetada por cárie comparada à hígida. Foi observado um aumento da zona de colágeno exposto, uma diferença na profundidade de desmineralização e diminuição na qualidade da infiltração adesiva nas interfaces de dentina afetada por cárie. Os autores concluíram que a união da interface entre a resina e a dentina afetada por cárie foi mais suscetível à degradação com água do que a dentina hígida, ao longo do tempo.

Marquezan et al. (2009)<sup>17</sup> realizaram um estudo comparando lesões cáries artificiais desenvolvidas usando dois métodos químicos e um microbiológico em relação às lesões cáries naturais em dentina, por meio da análise da microdureza longitudinal e avaliação morfológica por MEV. Foram utilizados 40 dentes humanos decíduos hígidos e 10 segundos molares decíduos cariados, divididos em 5 grupos. De acordo com o método de indução de cárie, foram formados os grupos de gel ácido, ciclagem de pH, método microbiológico, além dos grupos controle negativo com dentes hígidos e controle positivo de dentes com lesão cáries natural em dentina. Para o gel ácido, as amostras foram imersas em 10 mL do gel de ácido láctico, gelatina e timol à temperatura ambiente, por 14 dias. Na ciclagem de pH, as amostras foram imersas em 10 mL de solução desmineralizante por 8 horas seguido por 10 mL de solução remineralizante por 16 horas, durante 14 dias em temperatura ambiente. No modelo microbiológico foi utilizado 100 µl de cultura jovem primária de *Streptococcus mutans* ATCC25175, com as amostras imersas em 25 mL da solução a 37°C durante 14 dias. Após análise da microdureza longitudinal, observou-se que os métodos químicos de indução de cárie produziram uma desmineralização superficial e a ciclagem de pH apresentou-se mais efetiva que o gel ácido em relação à semelhança com a lesão natural. O método microbiológico apresentou um excessivo amolecimento da dentina primária, mas com padrões morfológicos de degradação do colágeno similares aos das lesões naturais em dentina.

Zanchi et al. (2010a),<sup>9</sup> objetivando avaliar o efeito do condicionamento ácido adicional na resistência de união por microtração e no módulo de *Weibull* de dois sistemas adesivos aplicados na dentina afetada por cárie, utilizaram 90 molares humanos extraídos, com lesões de cárie coronal. A dentina afetada por

cárie foi identificada usando os critérios combinados do exame visual e avaliação da dureza de superfície com uma sonda exploradora. Foram formados 6 grupos, utilizando o adesivo convencional Adper Single Bond 2 e o autocondicionante Clearfil SE Bond, usados de acordo com o fabricante (controles), ou com o condicionamento de ácido fosfórico à 35% adicional, por 15 ou 30 segundos. Coroas da resina composta Filtek Z-250 foram confeccionadas sobre as dentinas de cada grupo, produzindo amostras para o teste de microtração. A resistência de união da dentina afetada por cárie foi menor do que na hígida, exceto para o grupo onde o Single Bond 2 foi condicionado adicionalmente por 30 segundos. O condicionamento ácido adicional aumentou a resistência de união na dentina afetada por cárie e produziu menores valores do módulo de *Weibull* na dentina afetada por cárie, para ambos os adesivos. Como conclusões, os autores afirmaram que o condicionamento ácido adicional aumentou a resistência de união na dentina afetada por cárie, porém não o suficiente para alcançar os valores de resistência de união obtidos na dentina hígida.

Em 2010(b), Zanchi et al.<sup>18</sup> avaliaram a resistência de união à microtração de sistemas adesivos convencionais de 2 passos na dentina hígida e na afetada por cárie produzida por monocultura *in vitro* de *Streptococcus mutans* UA159. Utilizaram-se 10 terceiros molares humanos não cariados recém extraídos que foram seccionados no longo eixo com um disco diamantado, sendo uma metade usada como controle (dentina hígida) e a outra metade submetida a indução de lesões de cárie *in vitro*. As amostras foram incubadas a 37°C por 28 dias, e o meio de cultura renovado a cada 3 dias por 4 semanas. Ambos os substratos foram restaurados com os sistemas adesivos Adper Single Bond 2 ou Prime & Bond NT, e a resina composta Filtek Z-250. A dentina hígida produziu valores de resistência de união significativamente maiores do que a afetada por cárie para ambos os adesivos. Além disso, independente do substrato dentinário, a resistência de união do Adper Single Bond 2 foi maior que o Prime & Bond NT. Com base nos resultados, os autores concluíram que a resistência de união na dentina afetada por cárie diminuiu significativamente quando comparada à dentina hígida utilizando sistemas adesivos convencionais.

Azevedo et al. (2011)<sup>8</sup> procuraram avaliar o grau de desmineralização da dentina afetada por cárie humana induzida artificialmente, por meio de um método microbiológico *in vitro*. As lesões de cárie foram induzidas nas

superfícies oclusais de 6 molares humanos com o biofilme de *Streptococcus mutans* (ATCC25175) em um modelo de cultura descontínua suplementado com 5% de sacarose, incubados à 37°C, por 24 horas, para obtenção do crescimento bacteriano. Os dentes foram seccionados ao meio no sentido vestibulo-lingual e divididos em 3 grupos, de acordo com o período de duração do ensaio microbiológico de 7, 14 ou 21 dias. Previamente ao ensaio de crescimento bacteriano, as amostras foram esterilizadas com radiação gama (25 kGy). Análises qualitativas e quantitativas por imagens e média de desmineralização da dentina foram obtidas por tomografia de coerência óptica (TCO). As médias de profundidade de desmineralização foram  $235 \pm 31.4$ ,  $279 \pm 14$ , e  $271 \pm 8.3$   $\mu\text{m}$  para 7, 14 e 21 dias, respectivamente. Nenhuma alteração significativa foi observada na profundidade média de lesão de 7 dias de desafio cariogênico. Concluiu-se que a TCO mostrou ser um método eficiente e não invasivo para detectar as profundidades de lesão causadas pela desmineralização. Foi observado que o período de desafio cariogênico de 7 dias pode ser considerado adequado para obter dentina afetada por cárie.

Joves et al. (2013)<sup>24</sup> investigaram um modelo *in vitro* de dentina afetada por cárie artificial (DACA) para estudos de união e compararam seu padrão mineral, morfologia e propriedades de união com a dentina afetada por cárie natural (DACN). Foram utilizados 29 dentes humanos extraídos não cariados e 12 cariados. A DACA foi criada em uma solução desmineralizante, à 37°C, por 7 dias. A densidade mineral em diferentes níveis de profundidade (0 à 150  $\mu\text{m}$ ) foi comparada entre as dentinas afetadas por cárie natural e artificial por microradiografia transversa. A resistência de união por microtração dos adesivos autocondicionantes de 2 passos Clearfil SE Bond e Clearfil Protect Bond foi avaliada nos substratos de dentina hígida, DACA e DACN. Pôde-se observar por MEV que os túbulos dentinários apareceram ocluídos por cristais de 1-2  $\mu\text{m}$  de espessura na DACN, enquanto na DACA os túbulos permaneceram abertos. A densidade mineral não foi significativamente afetada ( $P > 0,05$ ) pelo tipo de dentina afetada por cárie em diferentes níveis de lesão. A resistência de união por microtração foi menor na dentina afetada por cárie do que na dentina hígida, porém não foi afetada pelo tipo de cárie ( $P > 0,05$ ). Os autores concluíram que apesar das diferenças na morfologia, o modelo da dentina afetada por cárie

artificial mostrou similar densidade mineral e resistência de união comparada à dentina afetada por cárie natural.

A proposta do estudo de Suzuki et al. (2013)<sup>52</sup> foi mensurar a resistência de união por microtração de cimentos resinosos autoadesivo e convencionais na dentina hígida ou afetada por cárie, em 24 horas ou 6 meses após o procedimento de união. Foram utilizados 18 molares humanos hígidos e 18 afetados por cárie. A dentina afetada por cárie foi identificada por meio da solução detectora de cárie Vide Cárie (Inodon, Porto Alegre, Brasil), antes do desgaste da superfície oclusal da amostra para remoção do esmalte e dentina infectada por cárie, expondo a dentina afetada por cárie. Blocos da resina composta indireta Tescera (Bisco Inc, Schaumburg, IL, EUA) foram cimentados às amostras de dentina hígida e afetada por cárie com os cimentos RelyX Unicem, RelyX ARC e Panaiva F. Após o teste de resistência de união por microtração, as amostras foram avaliadas por MEV. Os resultados demonstraram que não houve diferença significativa entre as dentinas hígidas e afetada por cárie para os cimentos RelyX ARC e RelyX Unicem. O RelyX ARC apresentou os maiores valores de resistência de união por microtração em ambos os substratos e não houve diferenças entre 24 horas e 6 meses após a união, exceto para o Panaiva F em 24 horas. Como conclusão, os autores afirmaram que a presença de dentina afetada por cárie não influencia na resistência de união de cimentos resinosos.

Rocha et al. (2013)<sup>25</sup> compararam a resistência de união do cimento resinoso convencional RelyX ARC e o autoadesivo RelyX Unicem na dentina afetada por cárie criada artificialmente, por meio do modelo de ciclagem de pH para indução de cárie. Foram utilizados 28 molares humanos não cariados, sendo metade submetida a 8 ciclos de desmineralização/remineralização, caracterizados por 3 horas em uma solução de desmineralização, seguida por 45 horas de imersão em uma solução remineralizante. A solução de desmineralização foi renovada após cada 4 horas de ciclo e a de remineralização renovada prévio ao início de cada novo ciclo. Antes e após a ciclagem do pH, as amostras de dentina foram submetidas ao teste de dureza Vickers. Cilindros dos cimentos resinosos RelyX Unicem ou RelyX ARC associado ao sistema adesivo Scotchbond Mutli-purpose (3M ESPE) foram confeccionados sobre a superfície de dentina hígida e afetada por cárie para realizar o teste de microcissalhamento.

As amostras sem cárie (testadas e usadas na indução) mostraram valores de dureza similares e superiores à dentina afetada por cárie. De acordo com os resultados, ambos os cimentos resinosos mostraram maior resistência de união na dentina hígida do que na afetada por cárie. O RelyX ARC, independente do substrato, alcançou maiores valores de resistência de união. Houve uma correlação linear positiva entre a dureza e a resistência de união para ambos os cimentos. Concluiu-se que a dentina afetada por cárie artificial obteve menor dureza do que a hígida e que os cimentos resinosos RelyX Unicem e RelyX ARC mostraram uma menor resistência de união na dentina afetada por cárie.



### 3 OBJETIVO

O objetivo deste trabalho foi avaliar a resistência de união à dentina afetada por cárie de dois cimentos resinosos autoadesivos (BisCem e RelyX U200) e um cimento resinoso convencional (RelyX ARC).

#### 3.1 Objetivos específicos

- Mensurar a resistência de união à dentina afetada por cárie e comparar à alcançada na dentina normal;
- Comparar a resistência de união dos cimentos autoadesivos RelyX U200 e BisCem, e destes, com o cimento resinoso convencional RelyX ARC.
- Mensurar a dureza interna e módulo de elasticidade das dentinas normal e afetada por cárie.

## 4 METODOLOGIA

### 4.1 Delineamento experimental

A dentina afetada por cárie foi criada artificialmente pelo crescimento de biofilmes de microcosmos originados da saliva humana durante 14 dias, sobre 36 terceiros molares humanos livres de cárie. Metade das amostras receberam indução de cárie e a outra metade serviu como controle, sendo os dentes divididos para cada um dos 3 cimentos resinosos em 6 condições experimentais. Para realizar o ensaio de microcisolamento, 4 cilindros de cada cimento resinoso foram confeccionados nas superfícies da dentina hígida e afetada por cárie (n=24). As variáveis resposta avaliadas foram resistência de união (MPa), microdureza Vickers (VHN), módulo de elasticidade (GPa) e padrão de falha.

### 4.2 Seleção e preparo dos dentes

Para a realização deste estudo *in vitro* foram utilizados 36 terceiros molares humanos, livres de cárie, recém-extraídos por indicação cirúrgica, doados por meio de um termo de doação elaborado após aprovação pelo Comitê de Ética em Pesquisa da Universidade Federal de Sergipe, por meio do parecer de número 118.227 de 05/10/2012, apresentados nos Anexos A e B. Após a extração, os dentes foram raspados com cureta periodontal para remoção de restos de tecido periodontal e limpos com pasta de pedra pomes e água, com auxílio de escovas tipo Robinson montada em contra ângulo. Em seguida, foram examinados com lupa estereoscópica com quatro vezes de aumento para verificar possíveis alterações estruturais, como presença de trincas, fraturas, e cáries, descartando aqueles que pudessem comprometer o desenvolvimento da pesquisa. Posteriormente, os dentes foram armazenados em água destilada renovada semanalmente e estocados a 4°C por um período de 3 meses, até o momento da sua utilização.

A altura da coroa clínica (espaço compreendido entre o limite amelo-cementário e o vértice da cúspide mais alta) dos dentes foram medidas com paquímetro digital (Mitutoyo Digimatic Caliper, Suzano, SP, Brasil). O valor obtido foi dividido por três para delimitar a área correspondente ao 1/3 oclusal da coroa clínica do dente. Em seguida, um desgaste até o limite do 1/3 oclusal da coroa para exposição de uma superfície plana de dentina foi realizado em um recortador de gesso (Herjos, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) sob refrigeração com água (figura 1). Em seguida, as superfícies oclusais foram desgastadas em lixa de carbeto de silício (SiC) de granulação 80 (Norclass, Norton Saint-Gobain, Igarassu, PE, Brasil) em uma politriz (Arotec - Aropol E, Cotia, SP, Brasil) à 100 rpm, até a obtenção de uma superfície dentinária plana de profundidade média (figura 2a). A superfície da dentina foi examinada com microscópio estereoscópico com quatro vezes de aumento para verificar as suas condições estruturais e total ausência de sítios de esmalte. Após isto, foi feito o desgaste da porção da raiz até a região de furca, em recortador de gesso (Herjos, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) sob refrigeração com água, deixando a superfície radicular paralela à superfície de dentina (figura 2b).

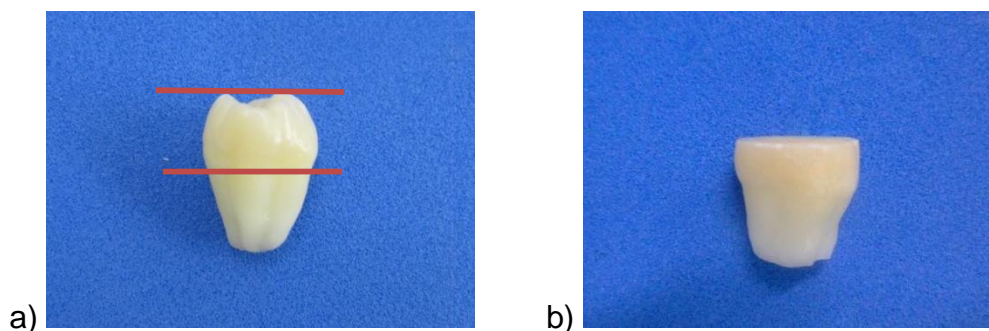


Figura 1: a) coroa clínica delimitada; b) desgaste do 1/3 oclusal da coroa.

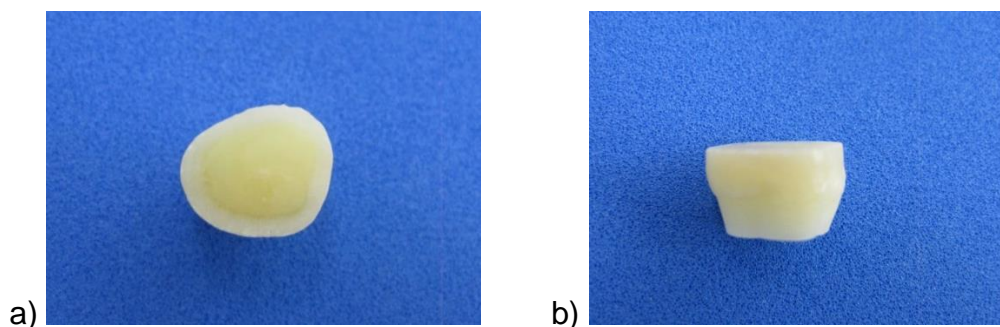


Figura 2: a) superfície obtida após desgaste com lixa SiC 80 em politriz; b) desgaste da porção radicular.

As amostras foram lavadas com água destilada em banho de ultrassom (Unique, Ultracleaner 800A, Indaiatuba, SP, Brasil) por 10 minutos para remover os possíveis resíduos, sendo então desgastadas na politriz (Arotec - Aropol E) com lixa SiC de granulação 600 (Norclass, Norton Saint-Gobain, Igarassu, PE, Brasil) por 1 minuto para padronização da *smear layer* (figura 3). Por fim, os dentes foram armazenados em tubos Falcon (Corning Incorporated, NY, EUA) contendo água destilada até serem esterilizados (figura 4).

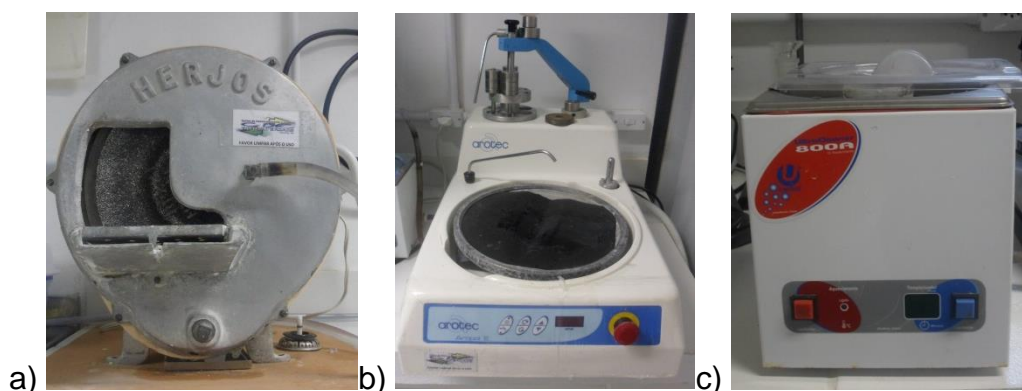


Figura 3: a) Recortador de gesso; b) politriz giratória e c) lavadora ultrassônica utilizados no preparo dos dentes.

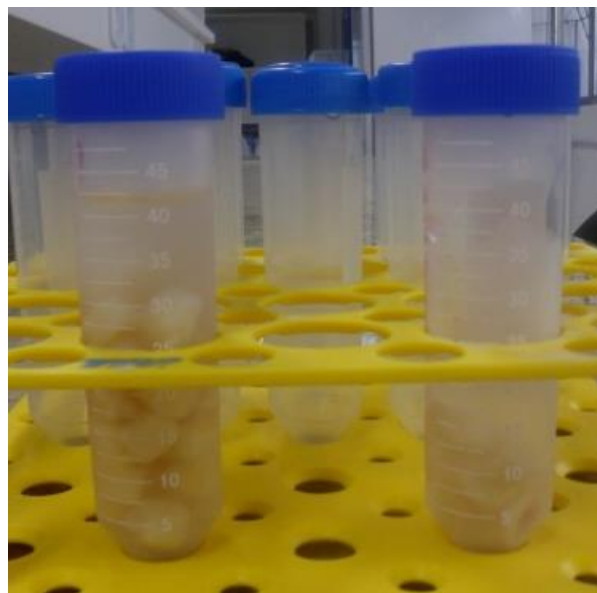


Figura 4: amostras prontas para esterilização.

#### 4.3 Condições Experimentais

Os 36 dentes selecionados foram separados aleatoriamente em 6 condições experimentais, com 6 amostras cada, pela combinação do tipo de cimento (RelyX U200, RelyX ARC e BisCem) e substrato (com e sem indução de cárie), distribuídos conforme a tabela 1.

Tabela 1 - Condições experimentais de acordo com substratos e cimentos.

<b>Amostras</b>	<b>Substrato</b>	<b>Cimento</b>
6	sem cárie	RelyX ARC
6	com cárie	RelyX ARC
6	sem cárie	RelyX U200
6	com cárie	RelyX U200
6	sem cárie	BisCem
6	com cárie	BisCem

#### 4.4 Materiais restauradores utilizados

Os materiais restauradores utilizados para a confecção dos corpos-de-prova estão descritos na tabela 2.

Tabela 2- Materiais restauradores, principais componentes e fabricante.

<b>MATERIAL</b>	<b>PRINCIPAIS COMPONENTES</b>	<b>FABRICANTE</b>
<b>Cimento resinoso autoadesivo RelyX U200</b>	Pasta base: Fibra de vidro, ésteres ácidos fosfóricos metacrilato, dimetacrilato de trietilenoglicol, sílica tratada com silano, persulfato de sódio, canforoquinona e amina.  Pasta Catalisadora: Fibra de vidro, dimetacrilato substituto, sílica tratada com silano, p tolueno sulfonato de sódio e hidróxido de cálcio.	3M ESPE St Paul, MN, EUA

Tabela 2- Materiais restauradores, principais componentes e fabricante.  
(Continuação)

<b>MATERIAL</b>	<b>PRINCIPAIS COMPONENTES</b>	<b>FABRICANTE</b>
<b>Cimento resinoso autoadesivo BisCem</b>	Pasta base: BISGMA, monômero dimetacrilato, tetraetileno glicol dimetacrilato, carga de vidro, aloe vera, cálcio, carbômero e amina.  Pasta catalisadora: monômero ácido fosfato e carga de vidro.	BISCO INC. Schaumburg, IL, EUA
<b>Cimento resinoso Convencional RelyX ARC</b>	Pasta base: TEGDMA, BISGMA, vidro tratado com silano, sílica tratada com silano, polímero dimetacrilato funcional, 2-benzotriazolil 4- metilfenol e 4-dimetilamino benzenoetanol, amina e canforoquinona.  Pasta catalisadora: TEGDMA, BISGMA, vidro tratado com silano, sílica tratada com silano, polímero dimetacrilato funcional, 2-benzotriazolil 4- metilfenol e peróxido de benzoíla.	3M ESPE, St Paul, MN, EUA.
<b>Primer Adper Scotchbond Multi-Use Plus</b>	Solução aquosa de 2-hidroxietilmetacrilato (HEMA) e copolímero do ácido polialcenóico.	3M ESPE, St Paul, MN, EUA.
<b>Adesivo Adper Scotchbond Multi-Use Plus</b>	Bisfenol diglicidil dimetacrilato (Bis-GMA), 2-hidroxietilmetacrilato (HEMA) e canforoquinona.	3M ESPE, St Paul, MN, EUA.
<b>Ácido fosfórico em gel Scotchbond etchant</b>	Ácido fosfórico a 34%, sílica.	3M ESPE, St Paul, MN, EUA.

#### 4.5 Indução de dentina afetada por cárie

Para indução de dentina afetada por cárie, as 18 amostras selecionadas aleatoriamente foram submetidas ao desafio cariogênico. Para isto, biofilmes originados de microcosmos foram crescidos sobre as amostras em condições de anaerobiose, a partir de inóculo de saliva em tubos Falcon, conforme adaptado de van de Sande et al.(2011)<sup>26</sup>. A saliva foi coletada de um doador voluntário

saudável (sexo feminino, 38 anos), que não recebeu terapia antibiótica por pelo menos 1 ano e se absteve de higiene oral por 24 horas, bem como de alimentação 2 horas previamente à coleta de 20 mL de saliva estimulada por filme de parafina (Parafilm "M"®, American National Can™, Chicago, Illinois, EUA). A mesma foi doada após assinatura do termo de consentimento livre e esclarecido para doação, elaborado após aprovação pelo Comitê de Ética da Universidade Federal de Sergipe, o qual está apresentado no Anexo C.

#### 4.5.1 Determinação do tempo de desafio cariogênico

Um estudo foi realizado previamente ao experimento principal, com o objetivo de definir o tempo necessário de crescimento do biofilme para a indução da dentina afetada por cárie, a partir do inóculo de saliva. Para este estudo prévio foram utilizados discos de dentina bovina. Os biofilmes foram formados em condição de anaerobiose em placas de 24 micro-poços, com meio DMM<sup>28</sup> (meio definido enriquecido com mucina), utilizando o modelo com suplementação de sacarose a 1% em regime de exposição de 4 horas, conforme adaptado de van de Sande et al. (2011)<sup>26</sup>. Os tempos de crescimento dos biofilmes avaliados foram de 3, 5, 7, 14 e 21 dias. A resistência de união e a perda de dureza (desmineralização) obtida na dentina foram avaliadas, respectivamente, pelo teste de microcissalhamento e análise da microdureza interna em cada tempo. De acordo com os resultados obtidos, o tempo de 14 dias demonstrou ser o suficiente para indução da dentina afetada por cárie (dados não publicados).

#### 4.5.2 Preparo das amostras experimentais para o desafio cariogênico

Para facilitar o manuseio, as amostras que foram para o desafio cariogênico receberam previamente um artifício confeccionado em resina composta (APH Prisma, Dentsply Ind. Com. Ltda, Petrópolis, RJ, Brasil) sobre a raiz, contendo um orifício por onde eram suspensos por um gancho de fio de aço (Morelli Ortodontia, Sorocaba, SP, Brasil) conforme visto na figura 5.

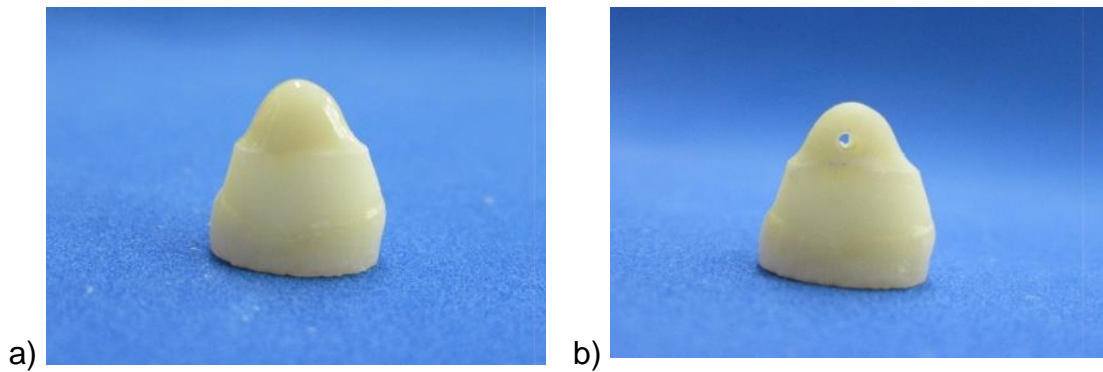


Figura 5: a) artifício em resina composta sobre a raiz; b) orifício confeccionado;

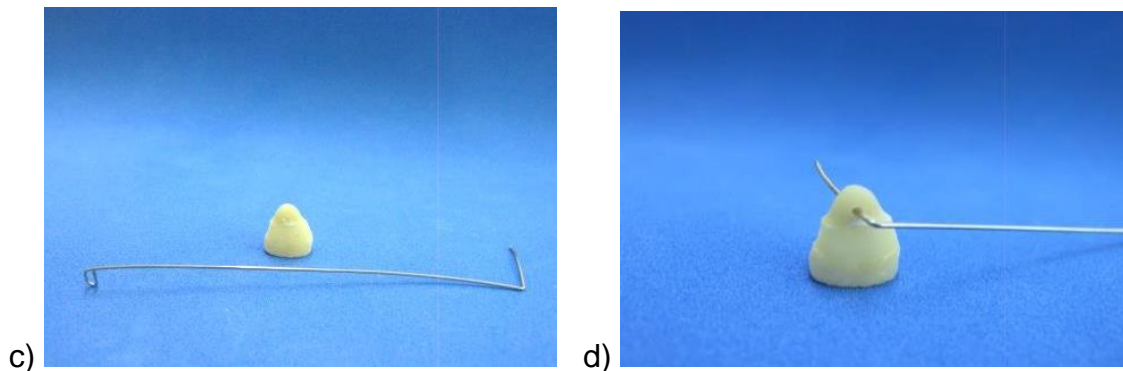


Figura 5: c) e d) gancho de fio de aço.

O artifício em resina foi confeccionado após o condicionamento ácido da porção radicular (Scotchbond etchant), aplicação do *primer* e adesivo Adper Scotchbond Multi-purpose e da resina composta, seguindo as orientações dos respectivos fabricantes. Em seguida, foi feito um orifício de 1,5mm no centro do artifício de resina composta com uma ponta diamantada número 3070 (KG Sorensen, Cotia, SP, Brasil) em alta rotação, por onde passava o fio de aço dobrado em forma de gancho. Uma camada de esmalte para unhas (Colorama, São Paulo, SP, Brasil) foi aplicada nas amostras que receberam o desafio cariogênico utilizando pincel e aplicador microbrush (Vigodent Coltene SA Indústria e Comércio, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) cobrindo a superfície do esmalte dental, de modo que apenas a dentina ficou exposta (figura 6).





a)

Figura 6: a) cobertura com esmalte de unhas na superfície de esmalte dental;



b)



c)

Figura 6: b) gancho posicionado; c) superfície dentinária exposta.

Por fim, todas as 36 amostras foram armazenadas em tubos Falcon contendo água destilada e esterilizadas por meio de radiação gama<sup>53</sup> na potência de 15 kGy pelo tempo de 13,32 segundos e mantidas à 4°C até o momento de serem utilizadas. Os ganchos de fio de aço foram esterilizados em autoclave, conforme protocolo padrão, à 121°C por 15 a 30 minutos, a 15 libras de pressão.

#### 4.5.3 Processamento da saliva coletada e crescimento do biofilme

A saliva (20 mL) estimulada por filme de parafina foi coletada em um tubo estéril graduado e imediatamente homogeneizada em agitador Vortex (Biomixer QL-901, Biomol Equipamentos e Produtos Para Laboratórios, Ribeirão Preto, SP, Brasil), como visto na figura 7, sendo inoculada em volumes de 400 µL sobre cada amostra de forma individualizada em tubos Falcon.

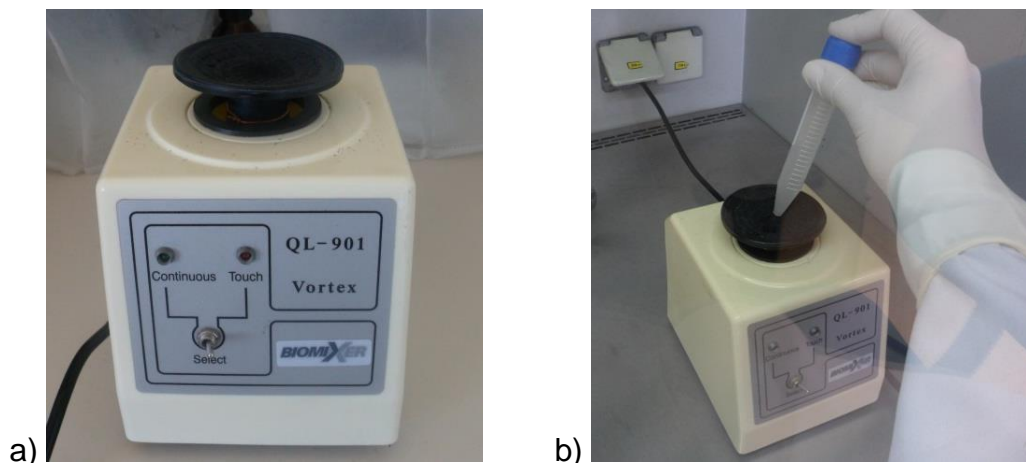


Figura 7: a) agitador Vortex; b) saliva sendo homogeneizada em Vortex.

Para simular os fluidos orais, o meio de cultura definido contendo íons, mucina, aminoácidos, vitaminas e fatores de crescimento (DMM) foi utilizado.<sup>28</sup> Após 1 hora, 4,0 mL da saliva artificial (DMM) suplementada com sacarose a 1% foi adicionada em cada tubo Falcon<sup>26,27</sup> (figuras 8 e 9).

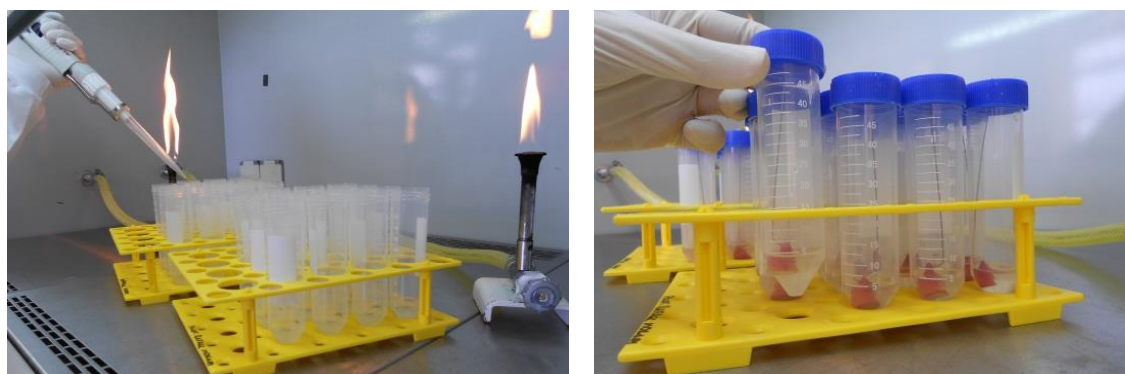


Figura 8: DMM sendo adicionado em tubos Falcon.

Figura 9: amostras em tubos Falcon contendo DMM no meio.

Os tubos Falcon, com as tampas em meia rosca, foram incubados em condição atmosférica de anaerobiose (80% N<sub>2</sub>, 10% CO<sub>2</sub> e 10% H<sub>2</sub>) em uma jarra de anaerobiose (Probac do Brasil Produtos Bacteriológicos Ltda, São Paulo, SP, Brasil), sob temperatura controlada à 37°C e mantidos em repouso na incubadora (figura 10). Após 4 horas, as amostras foram lavadas em solução salina estéril (10mL) por 5 segundos, recolocadas em novos tubos Falcon contendo 4,0 mL de saliva artificial (DMM puro) e novamente incubados em anaerobiose à 37°C. Os biofilmes foram cultivados por 14 dias, conforme

resultado do estudo piloto, e as trocas de meio foram realizadas duas vezes ao dia, simulando períodos de desafio cariogênico de 4 horas e períodos de remineralização de 20 horas, conforme mostrado na figura 11.

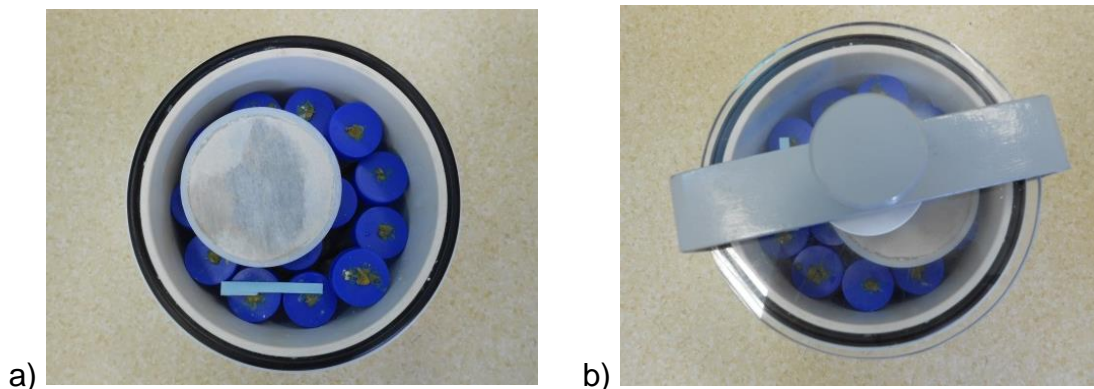


Figura 10 a) e b): jarra de anaerobiose com tubos Falcon, gerador e indicador, aberta e vedada para levar à incubadora.

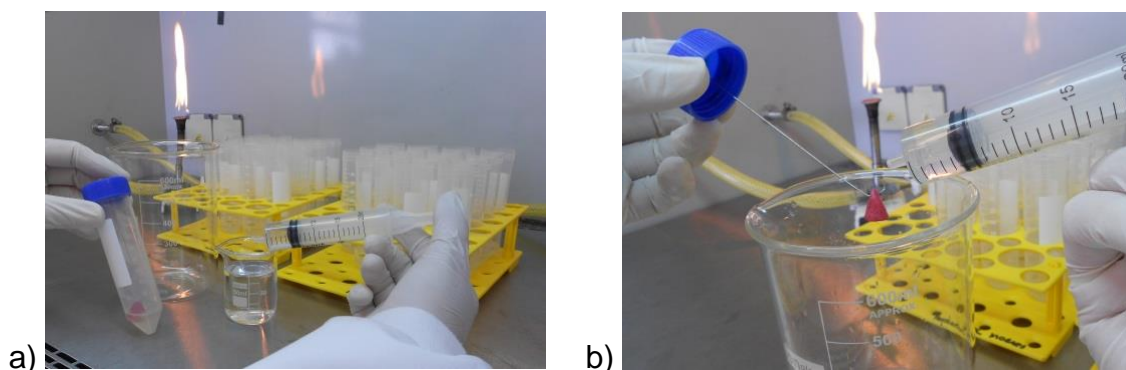


Figura 11 a) e b): troca de meio e lavagem com solução salina estéril.

#### 4.5.4 Confecção do meio DMM

A obtenção do meio DMM (meio definido enriquecido com mucina) foi realizada conforme protocolo descrito anteriormente por Wong & Sissons (2001)<sup>28</sup>, o qual contém mucina gástrica de suíno (2,5 g/l), uréia (1.0 mmol/l), sais (em mmol/l) de:  $\text{CaCl}_2$ , 1,0;  $\text{MgCl}_2$ , 0,2;  $\text{KH}_2\text{PO}_4$ , 3,5;  $\text{K}_2\text{HPO}_4$ , 1,5;  $\text{NaCl}$ , 10,0;  $\text{KCl}$ , 15,0;  $\text{NH}_4\text{Cl}$ , 2,0, mistura de 21 aminoácidos livres, 17 vitaminas e fatores de crescimento. O meio contém aminoácidos para o equivalente em proteína/ peptídeo (em mmol/l) em concentrações baseadas nas da saliva humana: alanina (1,95), arginina (1,30), asparagina (1,73), ácido aspártico

(1,52), cisteína (0,05), ácido glutâmico (5,41), glutamina (3,03), glicina (1,95), histidina (1,08), isoleucina (2,38), leucina (3,68), serina (3,46), tretonina (1,08), triptofano (0,43), tirosina (2,17), valina (2,38), e caseína (5,0 g/l). A confecção do meio foi realizada com componentes da marca Sigma (Sigma Chemical Co., St Louis, Montana, EUA), exceto pelos sais (Vetec Química Fina Ltda., Duque de Caxias, RJ, Brasil).

#### 4.6 Inclusão das amostras

Para facilitar a manipulação e possibilitar o seu posicionamento na máquina de ensaios para o teste de microcisalhamento, as amostras foram embutidas em cilindros de resina acrílica quimicamente ativada (Jet, Artigos Odontológicos Clássico, São Paulo, SP, Brasil). Para isto, tubos de PVC (policloreto de vinil) de 20 mm de diâmetro interno e 10 mm de altura foram posicionados sobre uma fita crepe (Scotch 2721, 3M do Brasil Ltda, São Paulo, SP, Brasil) ficando a superfície da dentina voltada para a fita e posicionada no centro do tubo. Em seguida, o pó e líquido da resina acrílica foram manipulados e a resina vertida no interior do tubo. Após a presa da resina, a fita foi removida, obtendo o cilindro de resina acrílica com a superfície da dentina exposta (figura 12).

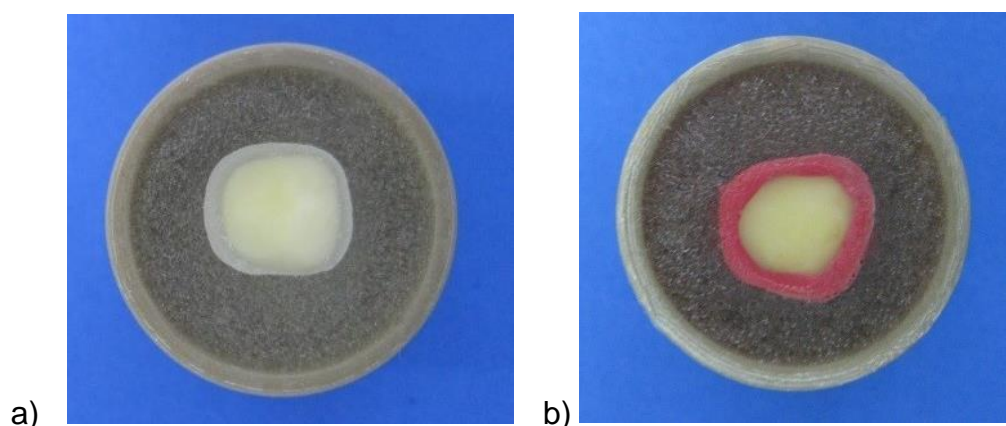


Figura 12: Amostras incluídas em tubo de PVC com resina acrílica autopolimerizante, a) sem cárie e b) com cárie.

#### 4.7 Preparo dos substratos dentinários e manipulação dos cimentos resinosos

Os seguintes protocolos foram utilizados para cada cimento resinoso de acordo com as recomendações de cada fabricante:

### RelyX U200

A superfície do substrato de dentina oclusal foi lavada com jato água/ar e seca com papel absorvente, sem desidratar a dentina. A proporção do cimento RelyX U200 (figura 13) foi feita com uma porção (movimento completo do *clicker*) de cada pasta do cimento RelyX U200 dispensada em um bloco de manipulação e as pastas misturadas com uma espátula por 20 segundos até a homogeneização.



Figura 13: cimento RelyX U200.

### BisCem

A dentina foi lavada com jato de água e seca com forte jato de ar por 5 segundos. Partes iguais das pastas do cimento BisCem foram dispensadas sobre um bloco de manipulação e misturadas até a uniformização do cimento (figura 14).



Figura 14: cimento BisCem.



## RelyX ARC

O condicionador ácido Scotchbond etchant foi aplicado sobre a superfície dentinária e deixado por 15 segundos. Em seguida, o condicionador foi removido com jato de água por 15 segundos e o excesso de umidade removido com papel absorvente. O *primer* Adper Scotchbond Multi-Usso Plus foi aplicado em uma camada, em seguida um leve jato de ar isento de água e óleo foi aplicado por 5 segundos para evaporação do solvente e uma camada do adesivo Adper Scotchbond Multi-Usso Plus foi aplicada. Este foi fotoativado por 10 segundos por meio do fotopolimerizador de luz LED (Radii-cal, SDI, Victoria, Austrália), com a potência de 1000 mW/cm<sup>2</sup>, após a acomodação da matriz de silicone. Uma porção (movimento completo do *clicker*) de cada pasta do cimento RelyX ARC foi dispensada em um bloco de manipulação e as pastas misturadas com uma espátula por até 10 segundos. (figura 15)

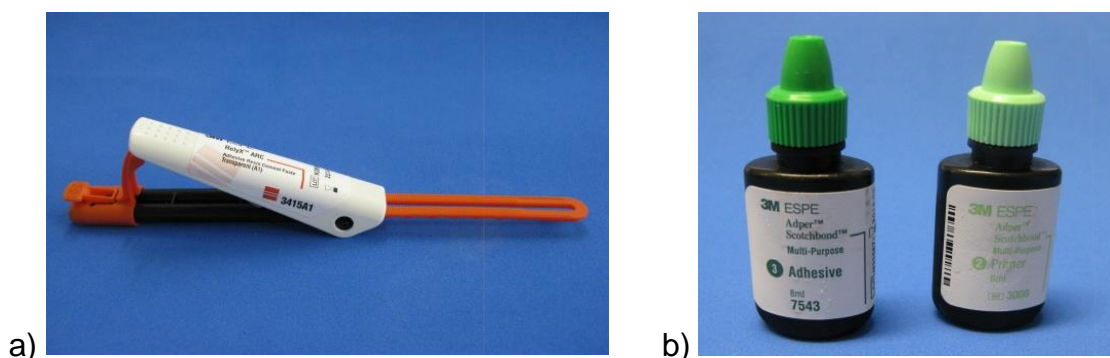


Figura 15: a) cimento RelyX ARC; b) *primer* e adesivo Adper Scotchbond Multi-Usso Plus.

### 4.8 Confeção dos cilindros de cimentos resinosos

Previamente à cimentação, foram confeccionadas matrizes de silicone de adição fluida (Futura AD, Nova DFL, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) contendo 4 orifícios de 1,5 mm de diâmetro e 0,5 mm de espessura cada, dispostos conforme visto na figura 16. As matrizes foram posicionadas sobre a dentina e presas com fita adesiva (Durex, 3M do Brasil Ltda, São Paulo, SP, Brasil), após os respectivos preparos da superfície dentinária para a cimentação. Em seguida, o cimento foi aplicado cuidadosamente sobre a dentina preenchendo o interior

dos 4 orifícios da matriz de silicone, formando 4 cilindros do cimento resinoso (figura 17). As amostras foram posicionadas em um delineador (Bioart equipamentos odontológicos Ltda, São Carlos, SP, Brasil) para permitir a aplicação de carga durante a cimentação, com o objetivo de simular uma pressão de assentamento na cimentação de uma restauração indireta<sup>29</sup>. O delineador, constituído de uma plataforma na qual foi posicionada a amostra com a superfície da dentina voltada para a haste com regulagem vertical, apoiava a carga estabelecida de 750g (figura 18). A haste do dispositivo foi posicionada no centro, sobre a superfície superior da amostra interposta por uma lâmina de vidro, aplicando a carga constante mantida pelo tempo de espera de 5 minutos para todos os cimentos.



Figura 16: matriz confeccionada com silicone de adição.

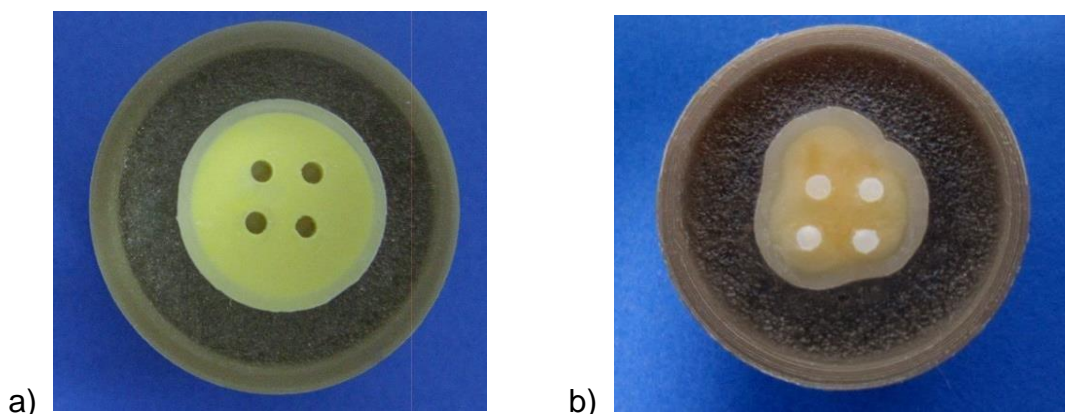


Figura 17: a) matriz de silicone posicionada sobre a amostra para preenchimento com cimento resinoso; b) cilindros de cimento resinoso obtidos.

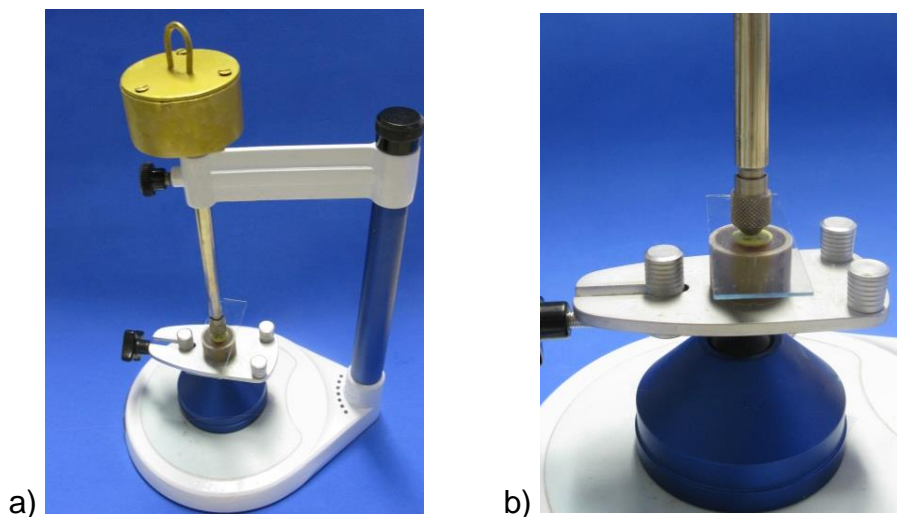


Figura 18: a) delineador com carga de 750g sendo aplicada à amostra; b) vista aproximada da haste apoiada no centro da lâmina de vidro sobre a amostra.

Após a remoção da haste, uma tira de poliéster (Kdent, Quimidrol, Joinville, SC, Brasil) foi colocada entre a matriz com o cimento e um bloco de resina composta Filtek Z-350 XT cor CT (3M ESPE, St Paul, MN, EUA), utilizado para simular uma restauração indireta, conforme mostrado na figura 19. O cimento foi fotoativado através do bloco de resina de 2 mm de altura e 5 mm de diâmetro, com a ponta do aparelho fotopolimerizador de luz LED (Radii-cal, SDI, Victoria, Austrália), na potência de  $1000 \text{ mW/cm}^2$ , posicionada sobre a superfície superior do bloco de resina composta, pelo tempo de 40 segundos para todos os cimentos (figura 20). A potência do aparelho foi medida através de um radiômetro (Demetron Research Corporation, Danbury, EUA) (figura 21).

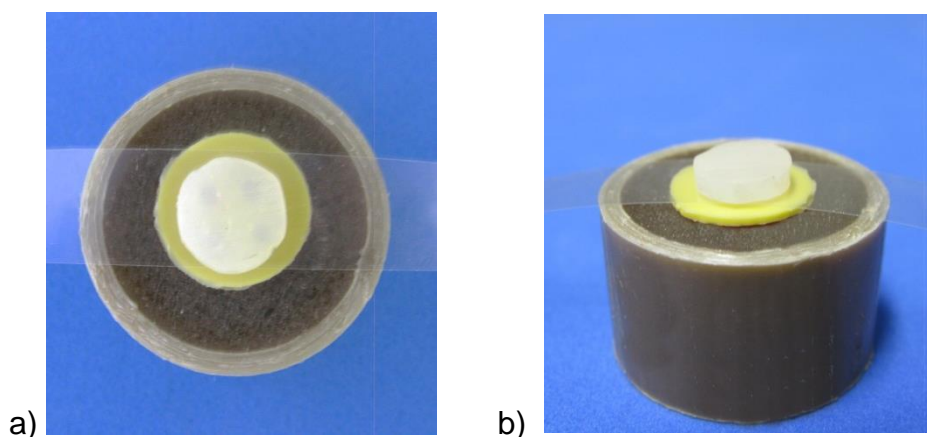


Figura 19: a) e b) tira de poliéster entre a matriz preenchida com o cimento e o bloco de resina composta Filtek Z-350 XT.





Figura 20: fotoativação



Figura 21: radiômetro.

#### 4.9 Teste de Microcisalhamento

O ensaio de microcisalhamento foi realizado numa máquina universal de ensaios modelo DL500 (EMIC, São José dos Pinhais, PR, Brasil) como visto na figura 22. Os corpos-de-prova foram armazenados em água destilada a 37°C por 24 horas, e então submetidos ao teste de resistência de união. Um fio de aço inoxidável (diâmetro 0,2 mm) foi colocado ao redor do cilindro de cimento resinoso e alinhado com a interface de união, sendo então os corpos-de-prova submetidos a carregamento de cisalhamento com célula de carga de 100N e velocidade de 0,5 mm/min até a fratura do corpo-de-prova (figura 23).

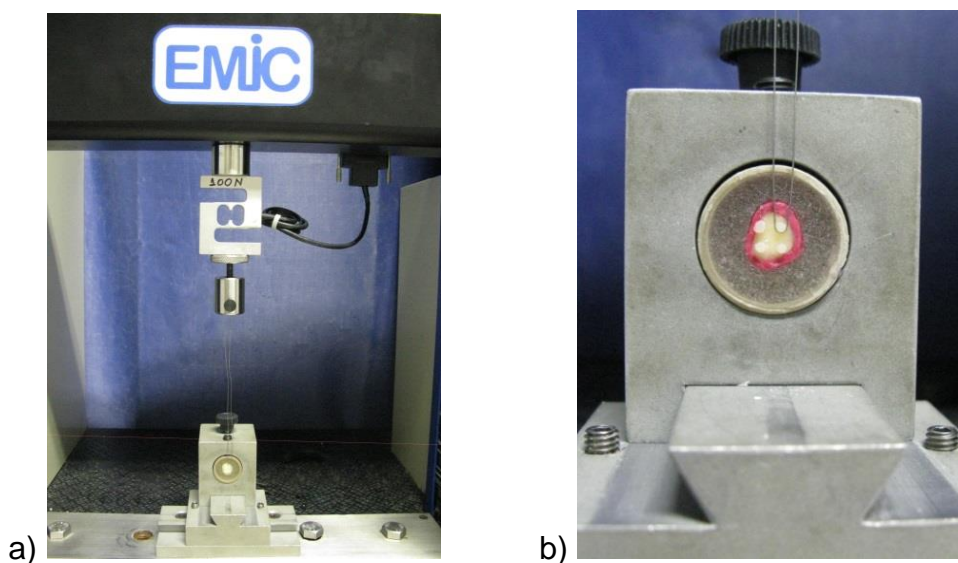


Figura 22: a) máquina universal de ensaios modelo DL 1000 (EMIC); b) amostra posicionada na máquina de ensaios para teste de microcisalhamento.

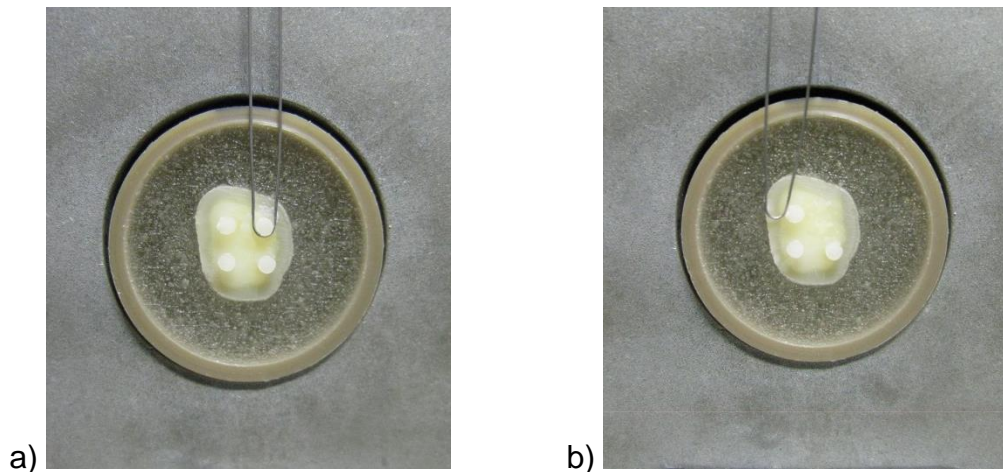


Figura 23: a) ensaio em amostra de dentina sem cárie; b) corpo-de-prova fraturado após teste.

A resistência de união mensurada em kgf (quilograma-força) foi transformada em Mega Pascal (MPa), por meio da fórmula matemática  $Ru = (F/A) \times 9,8$ , onde:  $Ru$  = resistência de união,  $F$  = carga necessária para fraturar o corpo de prova,  $A$  = área da interface do cilindro em  $mm^2$  e 9,8 constante para transformação das unidades de  $kgf/mm^2$  em MPa.

Após o ensaio de microcisalhamento, todas as amostras fraturadas foram avaliadas em microscopia óptica, sob magnificação de 500x, para classificação do padrão de fratura. As falhas foram classificadas em um dos quatro padrões: Tipo I – Falha 100% adesiva; Tipo II – Falha mista, com mais de 50% sendo adesiva; Tipo III – Falha mista, com menos de 50% sendo adesiva; e Tipo IV – Falha 100% coesiva.

#### 4.10 Preparo das amostras e teste de microdureza

Para confirmar a indução da dentina afetada por cárie produzida artificialmente, 5 amostras de cada substrato (hígida e afetada por cárie) foram selecionadas aleatoriamente e submetidas ao teste de microdureza Vickers. Para isto, as amostras foram seccionadas longitudinalmente em duas metades no sentido vestibulo-lingual em uma cortadeira metalográfica de precisão (ISOMET LOW SPEED SAW, Bhueler, Lake Bluff, IL, EUA), sob refrigeração com água, com um disco diamantado (Bhueler, Lake Bluff, IL, EUA) em baixa

velocidade. Em seguida, uma das metades de amostras obtidas foi selecionada aleatoriamente e polida com lixas de carbeto de silício (SiC) utilizadas em sequência decrescente de granulação, 600, 800, 1200 e 2000 (Norton, Campinas, SP, Brasil), em uma politriz giratória (Arotec - Aropol E, Cotia, SP, Brasil). Após o uso da última lixa, foi feito o polimento com pastas diamantadas metalográficas (6, 3, 1, e  $\frac{1}{4}$   $\mu\text{m}$ ; Arotec, São Paulo, SP, Brasil) com um disco de feltro, até a obtenção de uma superfície dentinária brilhante e sem ranhuras.

As propriedades micromecânicas de dureza Vickers (VHN) e módulo de elasticidade (E) da dentina foram obtidas usando um indentador dinâmico de microdureza (CSM Micro-Hardness Tester; Instruments CSM, Peseux, Suíça) (figura 24a). As indentações foram feitas com distâncias de 0, 10, 20, 30, 40, 50, 100, 150 e 200  $\mu\text{m}$  partindo da região oclusal da amostra (figura 24b), com um espaçamento méso-distal suficiente para reduzir a interferência de uma indentação em outra. O procedimento de teste foi realizado com força controlada. O carregamento era aumentado seguido por uma redução a uma velocidade constante de 500 mN/minuto. O carregamento aumentou de 0 mN para 500mN em intervalo de 60 segundos, sendo o carregamento máximo de 500mN mantido por 15 segundos. Em seguida, o carregamento foi gradualmente removido de 500mN a 0 mN em intervalo de 60 segundos. A carga e a profundidade de penetração do indentador foram aferidos continuamente durante carregamento-descarregamento.

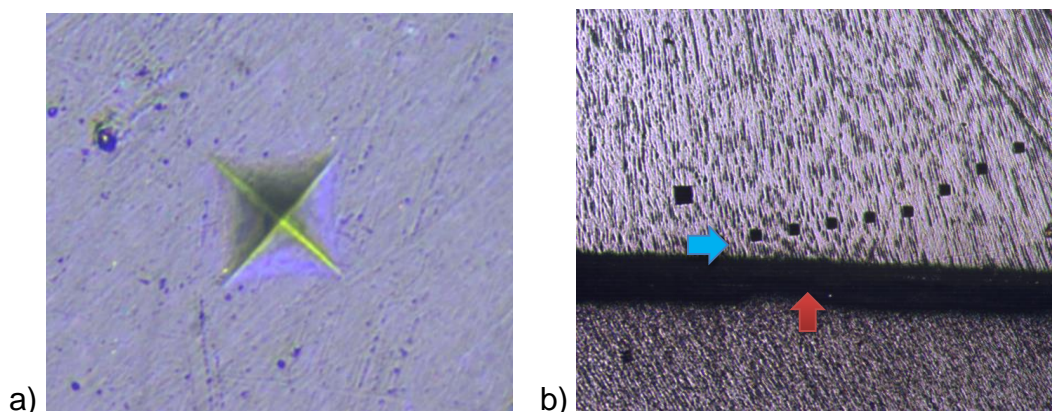


Figura 24: a) indentação produzida por indentador dinâmico de microdureza Vickers. b) indentações (seta azul) partindo da superfície oclusal (seta vermelha) da amostra.

O valor de dureza é definido pela força do teste dividida pela área aparente da indentação em força máxima. Por uma variação de valores guardados em um banco de dados fornecido pelo fabricante, a conversão de dureza Universal em dureza Vickers foi calculada e executada no software, e assim as medidas foram expressas em unidades de dureza Vickers. O módulo de indentação foi calculado pela inclinação da tangente da curva de profundidade em força máxima (figura 25).

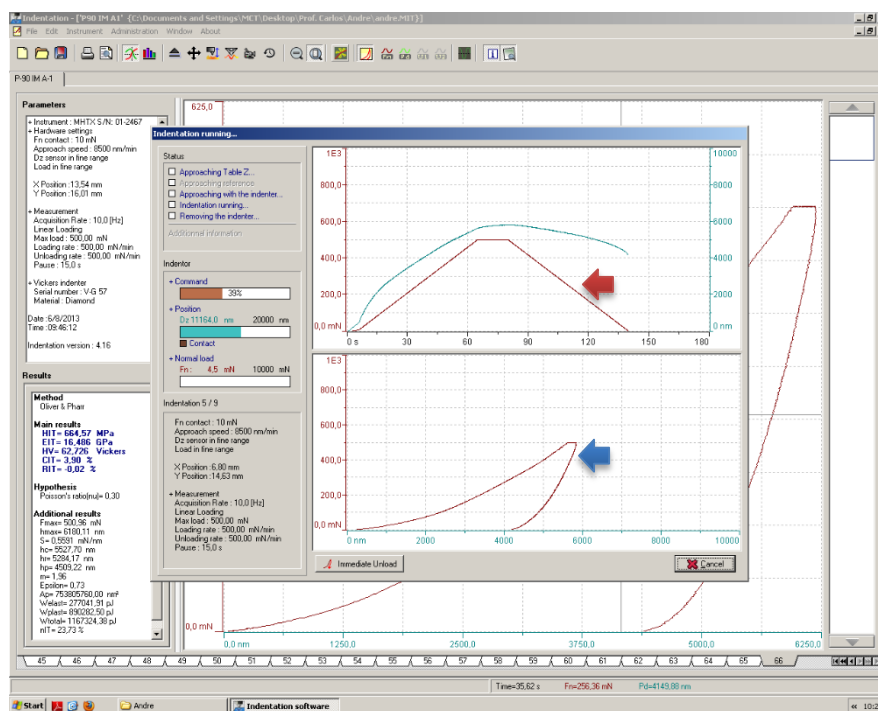


Figura 25: imagem do software mostrando curvas de carregamento/descarregamento (seta vermelha) e tangente do módulo de indentação (seta azul).

#### 4.11 Análise Estatística

Os dados de cisalhamento foram submetidos, inicialmente, a transformação quadrática resultando em normalidade dos mesmos. Em seguida, foram submetidos à Análise de Variância de dois fatores (cimento x substrato), seguido pelo teste de comparações múltiplas de Student-Newman-Keuls (SNK). Os dados de padrão de falha foram avaliados pelo teste Exato de Fisher e Qui-quadrado. Um nível de significância de 5% foi utilizado em todos os testes.

Os dados de dureza e módulo de elasticidade foram submetidos a Análise de Variância de parcela subdivida e teste de Student-Newman-Keuls (SNK), com nível de significância de 95%. Considerou-se o fator 'dentina' e a sub-parcela 'profundidade'.

## 5 RESULTADOS

### 5.1 Resistência de união

A Análise de Variância mostrou efeito significativo de tratamento para os fatores “substrato” ( $P < 0,001$ ) e “cimento” ( $P = 0,002$ ), mas não para a interação entre estes ( $P = 0,420$ ). Os resultados do teste SNK são mostrados na Tabela 3. Independente do cimento utilizado, maiores valores de resistência de união foram encontrados na dentina hígida que na afetada por cárie. Para ambos os substratos, RelyX ARC e RelyX U200 mostraram valores de união semelhantes e superiores ao BisCem. O poder de teste encontrado foi de 0,98 para o fator “substrato” e 0,87 para o fator “cimento”.

Tabela 3. Média (desvio padrão) de resistência de união em MPa (n=24).

Cimento	Substrato		Dados agrupados
	Dentina Hígida	Dentina Afeada por cárie	
RelyX ARC	4,8 (1,2)	3,1 (1,6)	4,0 (1,6) <sup>A</sup>
RelyX U200	5,9 (1,5)	3,4 (1,7)	4,7 (2,0) <sup>A</sup>
Biscem	3,2 (2,4)	2,3 (0,5)	2,8 (1,7) <sup>B</sup>
Dados agrupados	4,6 (2,0) <sup>a</sup>	3,0 (1,4) <sup>b</sup>	

Para médias agrupadas, letras distintas indicam diferença estatística significativa ( $\alpha = 0,05$ ).

### 5.2 Padrão de falha

O teste Exato de Fisher não mostrou efeito do tipo de substrato no padrão de falha para nenhum dos cimentos avaliados. Similarmente, o teste Qui-quadrado também não mostrou efeito do cimento sobre o padrão de falha, tanto no substrato hígido quanto afetado por cárie. Houve predomínio de falhas

adesivas para todas as condições experimentais. Os resultados são mostrados na tabela 4.

Tabela 4. Proporção entre falhas Tipo I/Tipo II no teste de cisalhamento.

Cimento	Substrato		Valor de P <sup>1</sup>
	Dentina Hígida	Dentina Afeada por cárie	
RelyX ARC	22/2	18/6	0,245
RelyX U200	19/5	22/2	0,416
BisCem	16/8	20/4	0,318
Valor de P <sup>2</sup>	0,103	0,301	

1. Valor de P no teste Exato de Fisher, avaliando o efeito do substrato no padrão de falha para cada cimento; 2. Valor de P no teste Qui-quadrado, avaliando o efeito do cimento no padrão de falha para cada substrato. Tipo I – falha adesiva; Tipo II – falha mista.

### 5.3 Dureza

A Análise de Variância mostrou efeito significativo de tratamento para o fator ‘dentina’ ( $P = 0,019$ ), mas não para a sub-parcela ‘profundidade’ ( $P = 0,266$ ). A interação entre o fator e a sub-parcela foi significativa ( $P < 0,001$ ). Os resultados do teste SNK estão descritos na tabela 5. A dentina hígida apresentou maiores valores de dureza que a afetada por cárie, exceto nas profundidades de 100, 150 e 200  $\mu\text{m}$ . Nestas profundidades, não houve diferença entre as duas dentinas. Para a dentina hígida, houve uma tendência de redução dos valores de dureza com o aumento da profundidade. Um comportamento inverso foi observado para a dentina afetada por cárie (Gráfico 1A).

Tabela 5. Média (desvio padrão) de dureza Vickers em VHN.

Profundidade	Dentina	
	Hígida	Afetada por cárie
0 µm	115.7 (13,0) <sup>Aa</sup>	76.3 (4,7) <sup>Bf</sup>
10 µm	114.3 (13,2) <sup>Aa</sup>	78.6 (5,7) <sup>Bef</sup>
20 µm	112.3 (14,5) <sup>Aab</sup>	81.9 (5,8) <sup>Bde</sup>
30 µm	111.1 (14,6) <sup>Aabc</sup>	84.2 (5,6) <sup>Bd</sup>
40 µm	110.1 (15,1) <sup>Abc</sup>	85.6 (5,0) <sup>Bd</sup>
50 µm	107.0 (15,6) <sup>Ac</sup>	88.8 (3,8) <sup>Bc</sup>
100 µm	104.9 (15,1) <sup>Acđ</sup>	90.8 (5,6) <sup>Abc</sup>
150 µm	103.3 (15,3) <sup>Ad</sup>	94.1 (5,5) <sup>Ab</sup>
200 µm	101.2 (15,0) <sup>Ad</sup>	98.9 (9,6) <sup>Aa</sup>

Letras distintas (maiúsculas nas linhas para dentina, minúsculas nas colunas para profundidade) indicam diferença estatística significativa ( $\alpha = 0,05$ ).

Os dados de módulo de elasticidade não apresentaram nem normalidade e nem homocedasticidade. Assim, os dados foram convertidos em postos (Ranks), permitindo que as pressuposições para testes paramétricos fossem obtidas. A Análise de Variância mostrou efeito significativo de tratamento para o fator 'dentina' ( $P = 0,005$ ), para a sub-parcela 'profundidade' ( $P < 0,001$ ) e para a interação ( $P < 0,001$ ). Os resultados do teste SNK estão descritos na tabela 6.

A dentina hígida mostrou maiores valores de módulo de elasticidade que a afetada por cárie, exceto nas profundidade de 200 e 150 µm. Nestas profundidades, não houve diferença entre as duas dentinas. Para a dentina hígida, não houve diferença entre os valores de módulo de elasticidade para nenhuma das profundidades avaliadas. Já na dentina afetada por cárie, o maior valor foi observado em 200 µm, com diferença estatística para todas as outras profundidades. Os menores valores de módulo de elasticidade foram observados próximos à superfície, não havendo diferença estatística entre os valores observados de 0 a 100 µm. Valores intermediários foram observados em 150 µm, mas sem diferença estatística para 50 e 100 µm. O Gráfico 1B mostra a tendência dos valores de módulo de elasticidade em função da profundidade para as dentinas hígida e afetada por cárie, respectivamente.



Tabela 6. Média (desvio padrão) de módulo de elasticidade em GPa.

Profundidade	Dentina	
	Hígida	Afetada por cárie
0 µm	17,9 (0,3) <sup>Aa</sup>	15,1 (0,5) <sup>Bc</sup>
10 µm	17,9 (0,2) <sup>Aa</sup>	15,3 (0,7) <sup>Bc</sup>
20 µm	18,0 (0,5) <sup>Aa</sup>	15,6 (1,0) <sup>Bc</sup>
30 µm	18,0 (0,1) <sup>Aa</sup>	15,8 (1,1) <sup>Bc</sup>
40 µm	17,9 (0,1) <sup>Aa</sup>	15,9 (1,4) <sup>Bc</sup>
50 µm	18,1 (0,5) <sup>Aa</sup>	16,5 (1,4) <sup>Bbc</sup>
100 µm	18,0 (0,4) <sup>Aa</sup>	16,7 (1,4) <sup>Bbc</sup>
150 µm	18,2 (0,1) <sup>Aa</sup>	17,5 (0,7) <sup>Ab</sup>
200 µm	18,6 (0,8) <sup>Aa</sup>	18,4 (0,8) <sup>Aa</sup>

Letras distintas (maiúsculas nas linhas para o fator dentina, minúsculas nas colunas para o fator profundidade) indicam diferença estatística significativa ( $\alpha = 0,05$ ).

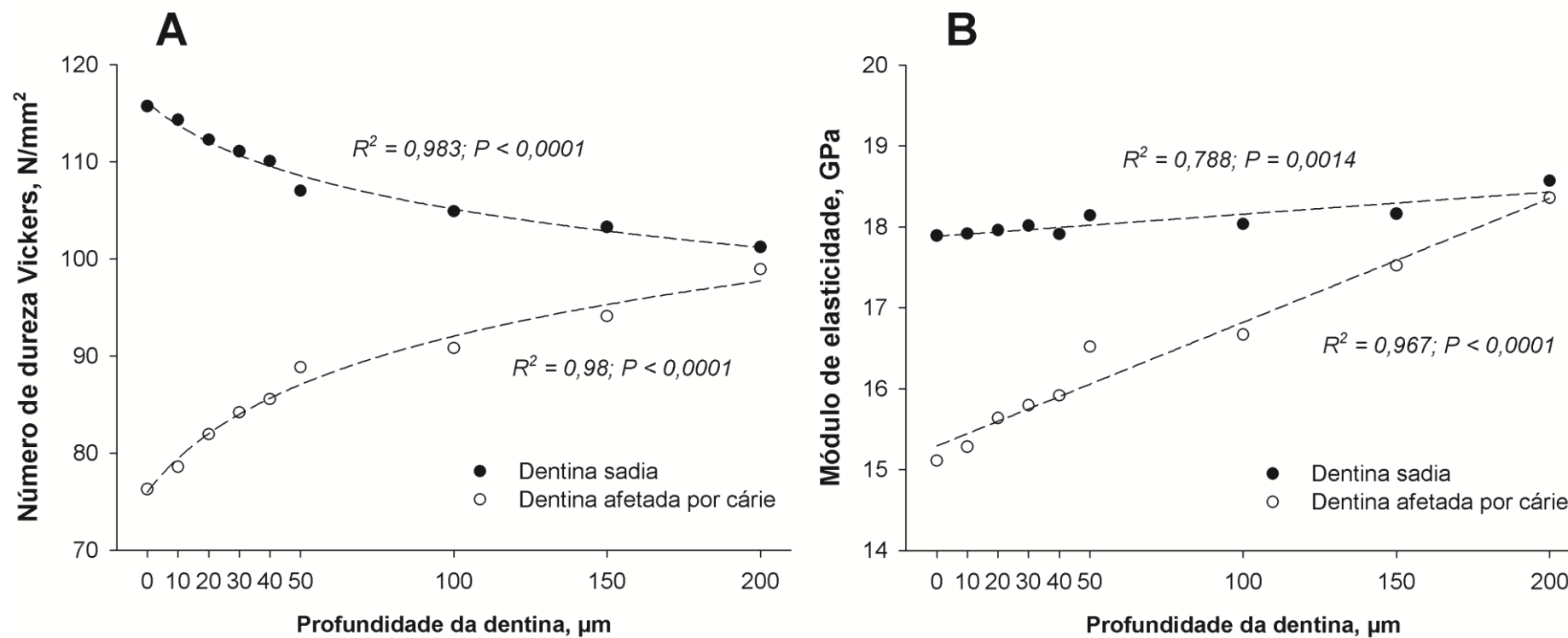


Gráfico 1. A) Valores médios de dureza (A) e módulo de elasticidade (B) em função à profundidade para dentina hígida e afetada por cárie.

## 6 DISCUSSÃO

A remoção parcial da dentina cariada em preparos cavitários minimamente invasivos que preservam ao máximo a estrutura dental e reduzem o risco de exposição pulpar,<sup>10-13</sup> implica na união de materiais restauradores à dentina afetada por cárie. Esta apresenta alterações estruturais e em seu conteúdo mineral, como a presença de uma dentina intertubular hipomineralizada, depósitos minerais ocluindo os túbulos dentinários, além da presença de fibrilas colágenas parcialmente desnaturadas na matriz orgânica.<sup>14,15,19,20</sup> Tais características alteram a interação dos materiais adesivos com o tecido dentinário e podem comprometer a efetiva união destes materiais.<sup>9,16,21,22,55</sup> Apesar dos cimentos autoadesivos terem aumentado sua popularidade e ganhado espaço na literatura em investigações sobre seu comportamento e resistência de união, o presente estudo é um dos poucos que avaliam a união destes materiais à dentina afetada por cárie.

Estudos de resistência de união em dentina afetada por cárie muitas vezes são realizados com dentes humanos cariados extraídos.<sup>9,16,51,52</sup> A maior dificuldade no uso de dentina naturalmente cariada nestes estudos é a padronização das lesões em função das diferenças ultraestruturais dentro das diferentes zonas de cárie.<sup>55-57</sup> Além disso, critérios subjetivos são frequentemente utilizados para a detecção e/ou remoção do tecido cariado previamente aos procedimentos de união, como a avaliação da dureza, exame visual e coloração da dentina,<sup>24</sup> dificultando a comparação entre os resultados de diferentes estudos. Adicionalmente, diferenças entre características da lesão são encontradas no mesmo dente, aumentando a variabilidade dos resultados. Portanto, métodos para indução *in vitro* de lesões de cárie artificial em dentina tem sido empregados sob condições controladas para padronização das lesões, como o modelo de exposição cíclica a soluções des-/re-mineralizantes e os métodos microbiológicos.<sup>17,18,22-24</sup>

O modelo dinâmico de desmineralização e remineralização química com exposição cíclica a soluções que promovem ganho e perda mineral é o método mais comum utilizado para criar uma desmineralização superficial da dentina.<sup>22-</sup>

<sup>25</sup> Entretanto, por não empregar o biofilme, este método não produz a degradação da matriz de fibrilas colágenas expostas. Esta ocorre *in vivo* pela ação das proteinases liberadas pelos microorganismos e pode ser reproduzida nos métodos microbiológicos de indução de cárie.<sup>17,54</sup> A presença de fibrilas colágenas parcialmente desnaturadas pelos ácidos bacterianos e metaloproteinases pode resultar numa camada híbrida inconsistente e mais espessa, contendo mais regiões de colágeno exposto com incompleta infiltração da resina adesiva na dentina desmineralizada.<sup>54</sup> Uma limitação dos modelos de indução de cárie *in vitro* é a ausência de cristais no interior dos túbulos dentinários,<sup>50</sup> diferente da dentina afetada por cárie produzida *in vivo*.<sup>24</sup> No entanto, estudos sugerem que a formação de *tags* de resina não contribui de forma significativa para o aumento dos valores de resistência de união.<sup>59-61</sup>

Em comparação à ciclagem de pH, métodos microbiológicos resultam em lesões de cárie com morfologia mais próxima à observada *in vivo*, como a presença de uma superfície irregular, desmineralização da dentina intertubular, degradação das fibrilas colágenas, discreta abertura dos túbulos dentinários<sup>17</sup> e a presença de duas camadas distintas, interna e externa.<sup>62,63</sup> Neste estudo, utilizou-se o modelo de cárie induzida artificialmente *in vitro* que emprega culturas de biofilmes originados de microcosmos a partir de saliva.<sup>26,28</sup> Modelos de biofilme de microcosmos são biofilmes complexos crescidos *in vitro*, originados da saliva ou placa dental.<sup>64,65</sup> Tal modelo tenta reproduzir os desafios cariogênicos ao qual o dente é exposto, mimetizando as interações complexas deste com os biofilmes dentais que ocorrem em condições *in vivo*.<sup>66</sup> A capacidade de produzir lesões de cárie *in vitro* do modelo de biofilme de microcosmos tem sido avaliada em estudo prévio em dentina, que demonstrou que o regime de suplementação de sacarose à 1% intermitente por 4 horas é suficiente para indução da lesão em dentina (dados não publicados).

Os biofilmes de microcosmos utilizados neste estudo, originados da saliva doada, foram formados sobre as amostras de dentina e cultivados em condições de anaerobiose por 14 dias. Utilizou-se o regime de alimentação intermitente de sacarose à 1% em meio de cultura por 4 horas diárias.<sup>26</sup> O tempo de crescimento dos biofilmes foi definido de acordo com um estudo prévio (dados não publicados) realizado com discos de dentina bovina submetidos ao mesmo modelo de indução de cárie do presente estudo. De acordo com os resultados

deste estudo, houve uma profundidade de lesão de 80 µm após 14 dias de desafio cariogênico, caracterizando uma lesão de dentina afetada por cárie. Assim, este modelo de indução de cárie *in vitro* foi utilizado no presente estudo.

As propriedades mecânicas de dureza e módulo de elasticidade foram obtidas das amostras no presente estudo, após o teste de microcisalhamento, pelo teste dinâmico de microdureza Vickers, pois este permitiu a mensuração simultânea do módulo de elasticidade. Os resultados demonstraram que as médias dos valores de dureza da dentina afetada por cárie foram significativamente menores do que a dentina normal, exceto nas profundidades de 100, 150 e 200 µm. Para a dentina afetada por cárie, observou-se uma tendência de aumento dos valores de dureza em função direta da profundidade. De forma semelhante, a dentina afetada por cárie demonstrou menores valores do módulo de elasticidade que a hígida até a profundidade de 100 µm, sendo observada a mesma tendência de aumento do módulo de elasticidade com a profundidade. Estes resultados comprovam a efetividade do método usado para indução artificial de dentina afetada por cárie, com alteração das propriedades da dentina alcançando a profundidade de aproximadamente 100 µm.

O menor conteúdo mineral proporcionado pela desmineralização da dentina intertubular<sup>7</sup> justifica os menores valores de dureza observados na dentina afetada por cárie, que aumentaram a partir de 100 µm. Uma observação importante foi a tendência de redução dos valores da dureza na dentina hígida com o aumento da profundidade. Uma possível explicação seria o maior número e diâmetro dos túbulos por unidade de área e a orientação destes túbulos na dentina mais profunda.<sup>20</sup> O menor módulo de elasticidade da dentina afetada por cárie também ocorre devido ao menor conteúdo mineral que proporciona uma menor rigidez a este substrato, comparado a dentina normal avaliada. Estes resultados estão de acordo com trabalhos prévios<sup>14,67-69</sup> que demonstraram que as propriedades mecânicas da dentina estão relacionadas com seu conteúdo mineral, e portanto, os valores de dureza e módulo de elasticidade da dentina afetada por cárie diminuem em direção à superfície da lesão.

Os resultados deste estudo demonstraram que a resistência de união à dentina afetada por cárie foi inferior à alcançada na dentina hígida, independente do cimento utilizado. Estes resultados podem ser explicados em função do mecanismo de união dos sistemas de cimentação adesiva utilizados no substrato

dentinário. O cimento resinoso convencional RelyX ARC foi utilizado associado ao sistema adesivo convencional de 3 passos Scotchbond Multipurpose Plus. Tem sido demonstrado que o Scotchbond, que utiliza o condicionamento ácido prévio do substrato, forma uma camada híbrida contínua e homogênea com a dentina hígida, o que proporciona elevados valores de resistência de união.<sup>45</sup> Entretanto, uma possível degradação do colágeno causada pelo desafio cariogênico pode resultar em diminuição da resistência coesiva da camada híbrida formada.<sup>16</sup> Adicionalmente, a redução do conteúdo mineral da dentina intertubular no substrato afetado por cárie pode levar a uma maior profundidade de desmineralização desta dentina com o condicionamento ácido. Um vez que o adesivo não é capaz de se infiltrar por toda a espessura da dentina desmineralizada, uma camada espessa de colágeno exposto e pobre em minerais permanece abaixo da camada híbrida.<sup>58</sup> Assim, esta camada de colágeno exposto não envolvido por resina adesiva funcionaria como o elo mais fraco durante o teste de cisalhamento, reduzindo a resistência de união.

Já os cimentos autoadesivos apresentam um mecanismo de união baseado principalmente na interação química entre os monômeros ácidos funcionais destes materiais com os íons cálcio do tecido dental. Os cimentos autoadesivos apresentam baixo pH inicial com a função de desmineralizar o tecido dental e permitir a infiltração do material. Entretanto, em função da sua viscosidade e do efeito tampão da *smear layer*, estes materiais são ineficientes em expor os túbulos dentinários e apenas interagem superficialmente com a dentina intertubular, não formando camada híbrida.<sup>39</sup> Além disso, a neutralização do pH ácido durante a reação de presa do material também pode contribuir para a limitada descalcificação e difusão do cimento.<sup>6</sup> Foi demonstrado para o cimento autoadesivo Relyx Unicem, uma significativa interação química com o cálcio presente na hidroxiapatita do tecido dental,<sup>30</sup> provando que sua principal estratégia de união está provavelmente relacionada às interações químicas entre grupos de monômeros ácidos e a hidroxiapatita.<sup>45</sup> Considerando o menor conteúdo mineral da dentina afetada por cárie, a menor disponibilidade de íons para a união pode justificar os resultados de menor resistência de união neste substrato para os cimentos autoadesivos.

Independente do substrato avaliado, a resistência de união do RelyX U200 foi similar à do Relyx ARC. Um estudo prévio,<sup>25</sup> que também avaliou a

união de cimentos resinosos à dentina afetada por cárie, encontrou que RelyX ARC apresentou maior resistência de união à dentina afetada por cárie e hígida que RelyX Unicem (composição similar ao RelyX U200). Entretanto, Rocha et al.<sup>25</sup> utilizaram um modelo de ciclagem de soluções des-remineralizantes para indução da dentina afetada por cárie. Especula-se que o modelo de biofilme utilizado neste estudo possa promover, além da redução mineral, uma alteração na matriz dentinária. A presença da matriz de fibrilas colágenas intactas contribui para o aumento da resistência coesiva da camada híbrida, explicando os maiores valores de união observados para o RelyX ARC. Um outro fator que pode influenciar nos resultados seria a pressão aplicada durante a confecção das amostras com os cimentos autoadesivos.<sup>3,29</sup> Diferentemente do estudo de Rocha et al.,<sup>25</sup> uma carga de 750g por 5 minutos foi aplicada para todos os cimentos previamente a fotoativação no presente estudo, com a finalidade de padronizar e simular a pressão de assentamento em condições clínicas de cimentação de restaurações indiretas. Tem sido demonstrado que a alta viscosidade do RelyX Unicem impede sua penetração no substrato dentinário.<sup>3</sup> Assim, a redução da viscosidade do cimento pela pressão exercida durante a cimentação aumenta a interação do cimento com a dentina e contribui para o aumento na resistência de união.<sup>29</sup>

Em outro estudo, a resistência de união do cimento Relyx Unicem foi similar à do Relyx ARC na dentina naturalmente afetada por cárie.<sup>52</sup> No entanto, ao contrário do presente estudo, não houve diferenças significantes na resistência de união nas dentinas hígida e afetada por cárie, independente do cimento. Isto pode ser atribuído à falta de padronização das lesões de cárie produzidas *in vivo* utilizadas naquele estudo. Uma das limitações da metodologia que emprega dentes cariados é a dificuldade em mensurar o grau de desmineralização e garantir a completa uniformidade do substrato para o teste de resistência de união. Assim, diferentes zonas de dentina cariada podem ser incluídas no mesmo corpo de prova. Além disso, no trabalho de Suzuki et al.<sup>52</sup>, provavelmente, os corpos de prova obtidos após o seccionamento dos dentes para o teste de microtração das amostras classificadas como dentina afetada por cárie podem conter quantidades variáveis de dentina hígida, pela dificuldade de detecção exata da localização da lesão de cárie. Tais fatores podem ter

proporcionado uma variação nos resultados de resistência de união, explicando a falta de diferença entre as dentinas hígida e afetada por cárie.

Outro resultado deste estudo foi que o cimento autoadesivo Relyx U200 obteve maior resistência de união que o também autoadesivo BisCem. Estudos prévios também demonstraram menores valores de resistência de união para o cimento BisCem quando comparado ao Relyx Unicem em dentina hígida.<sup>5,40,70</sup> Diferenças na composição entre estes materiais, que diferem principalmente no tipo de monômero funcional, afetam a viscosidade e pH inicial deste materiais, podendo levar a diferentes mecanismos de união com o substrato dentinário.<sup>44</sup> Mazietlli et al. (2010)<sup>32</sup> demonstraram através de tricromia de Manson, leve desmineralização dentinária promovida pelo RelyX Unicem, enquanto que o BisCem não foi capaz de produzir nenhuma alteração no tecido dentinário. Outro ponto importante é que o BisCem apresenta em sua composição o monômero altamente hidrófilo HEMA. Apesar da ausência de pressão pulpar simulada neste estudo, este monômero pode atrair água da umidade intrínseca da dentina mantida úmida durante o armazenamento das amostras, resultando em redução da polimerização do cimento e, por consequência, de suas propriedades mecânicas.<sup>71</sup> Além disto, uma redução de propriedades mecânicas tem sido observada em materiais a base de HEMA após estocagem em água por 24 horas, tempo similar de armazenagem utilizada neste estudo.<sup>72</sup>

Este estudo demonstrou que a redução nas propriedades mecânicas do tecido dentinário promovida pela indução artificial de cárie resultou em menores valores de resistência de união tanto para os cimentos autoadesivos quanto para o convencional. O modelo microbiológico utilizado no presente estudo demonstrou ser um método viável para produzir um substrato dentinário afetado por cárie, com redução do conteúdo mineral da dentina intertubular. Uma outra vantagem do método é a padronização do substrato cariado, importante para estudos de resistência de união. Os resultados obtidos sugerem, dentro das limitações de um estudo *in vitro*, que o tipo de substrato dentinário pode influenciar negativamente na resistência de união de cimentos autoadesivos. Futuros estudos clínicos devem, portanto, avaliar os resultados da aplicação do cimento autoadesivo na etapa crítica da cimentação de restaurações indiretas, no substrato clinicamente relevante da dentina afetada por cárie.



## **7 CONCLUSÃO**

Dentro das limitações deste estudo, pode-se concluir que a dentina afetada por cárie, que pode permanecer em preparos cavitários conservadores para restaurações indiretas, compromete negativamente a união de cimentos resinosos à dentina.

## REFERÊNCIAS

1. Radovic I, Monticelli F, Goracci C, Vulicevic ZR, Ferrari M. Self-adhesive resin cements: a literature review. *J Adhes Dent*. 2008;10(4):251-8.
2. Burgess JO, Ghuman T, Cakir D. Self-adhesive resin cements. *J Esthet Restor Dent*. 2010;22(6):412-9.
3. De Munck J, Vargas M, Van Landuyt K, et al. Bonding of an auto-adhesive luting material to enamel and dentin. *Dent Mater*. 2004;20(10):963-71.
4. Ferracane JL, Stansbury JW, Burke FJ. Self-adhesive resin cements - chemistry, properties and clinical considerations. *J Oral Rehabil*. 2011;38(4):295-314.
5. Mazzitelli C, Monticelli F, Osorio R, et al. Effect of simulated pulpal pressure on self-adhesive cements bonding to dentin. *Dent Mater*. 2008;24(9):1156-63.
6. Monticelli F, Osorio R, Mazzitelli C, Ferrari M, Toledano M. Limited decalcification/diffusion of self-adhesive cements into dentin. *J Dent Res*. 2008;87(10):974-9.
7. Wang Y, Spencer P, Walker MP. Chemical profile of adhesive/caries-affected dentin interfaces using Raman microspectroscopy. *J Biomed Mater Res A*. 2007;81(2):279-86.
8. Azevedo CS, Trung LC, Simionato MR, Freitas AZ, Matos AB. Evaluation of caries-affected dentin with optical coherence tomography. *Braz Oral Res*. 2011;25(5):407-13.
9. Zanchi CH, D'Avila OP, Rodrigues-Junior SA, et al. Effect of additional acid etching on bond strength and structural reliability of adhesive systems applied to caries-affected dentin. *J Adhes Dent*. 2010;12(2):109-15.
10. Schwendicke F, Dörfer CE, Paris S. Incomplete Caries Removal: A Systematic Review and Meta-analysis. *J Dent Res*. 2013;92(4):306-314.
11. Maltz M, Alves LS. Incomplete Caries Removal Significantly Reduces the Risk of Pulp Exposure and Post-Operative Pulpal Symptoms. *J Evid Base Dent Pract*. 2013;13(3):120-122.

12. Maltz M, Alves LS, Jardim JJ, Moura M dos S, de Oliveira EF. Incomplete caries removal in deep lesions: a 10-year prospective study. *Am J Dent.* 2011;24(4):211-4.
13. Momoi Y, Hayashi M, Fujitani M, et al. Clinical guidelines for treating caries in adults following a minimal intervention policy--evidence and consensus based report. *J Dent.* 2012;40(2):95-105.
14. Marshall GW, Habelitz S, Gallagher R, et al. Nanomechanical properties of hydrated carious human dentin. *J Dent Res.* 2001;80(8):1768-71.
15. Marshall GW, Jr., Chang YJ, Gansky SA, Marshall SJ. Demineralization of caries-affected transparent dentin by citric acid: an atomic force microscopy study. *Dent Mater.* 2001;17(1):45-52.
16. Yoshiyama M, Tay FR, Doi J, et al. Bonding of self-etch and total-etch adhesives to carious dentin. *J Dent Res.* 2002;81(8):556-60.
17. Marquezan M, Correa FN, Sanabe ME, et al. Artificial methods of dentine caries induction: A hardness and morphological comparative study. *Arch Oral Biol.* 2009;54(12):1111-7.
18. Zanchi CH, Lund RG, Perrone LR, et al. Microtensile bond strength of two-step etch-and-rinse adhesive systems on sound and artificial caries-affected dentin. *Am J Dent.* 2010;23(3):152-6.
19. Arrais CA, Giannini M, Nakajima M, Tagami J. Effects of additional and extended acid etching on bonding to caries-affected dentine. *Eur J Oral Sci.* 2004;112(5):458-64.
20. Perdigao J. Dentin bonding-variables related to the clinical situation and the substrate treatment. *Dent Mater.* 2010;26(2):e24-37.
21. Ceballos L, Camejo DG, Victoria Fuentes M, et al. Microtensile bond strength of total-etch and self-etching adhesives to caries-affected dentine. *J Dent.* 2003;31(7):469-77.
22. Erhardt MC, Rodrigues JA, Valentino TA, Ritter AV, Pimenta LA. In vitro microTBS of one-bottle adhesive systems: sound versus artificially-created caries-affected dentin. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2008;86(1):181-7.
23. Hara AT, Queiroz CS, Giannini M, Cury JA, Serra MC. Influence of the mineral content and morphological pattern of artificial root caries lesion on composite resin bond strength. *Eur J Oral Sci.* 2004;112(1):67-72.

- 24.** Joves GJ, Inoue G, Nakashima S, et al. Mineral density, morphology and bond strength of natural versus artificial caries-affected dentin. *Dent Mater J*. 2013;32(1):138-43.
- 25.** Rocha CTS, Peixoto AC, Faria-e-Silva AL. Bond strength of adhesive luting agents to caries-affected dentin. *Oper Dent*. 2013;In press.
- 26.** van de Sande FH, Azevedo MS, Lund RG, Huysmans MC, Cenci MS. An in vitro biofilm model for enamel demineralization and antimicrobial dose-response studies. *Biofouling*. 2011;27(9):1057-63.
- 27.** Azevedo MS, van de Sande FH, Romano AR, Cenci MS. Microcosm biofilms originating from children with different caries experience have similar cariogenicity under successive sucrose challenges. *Caries Res*. 2011;45(6):510-7.
- 28.** Wong L, Sissons C. A comparison of human dental plaque microcosm biofilms grown in an undefined medium and a chemically defined artificial saliva. *Arch Oral Biol*. 2001;46(6):477-86.
- 29.** Goracci C, Cury AH, Cantoro A, et al. Microtensile bond strength and interfacial properties of self-etching and self-adhesive resin cements used to lute composite onlays under different seating forces. *J Adhes Dent*. 2006;8(5):327-35.
- 30.** Gerth HU, Dammaschke T, Zuchner H, Schafer E. Chemical analysis and bonding reaction of RelyX Unicem and Bifix composites--a comparative study. *Dent Mater*. 2006;22(10):934-41.
- 31.** Piwowarczyk A, Bender R, Ottl P, Lauer HC. Long-term bond between dual-polymerizing cementing agents and human hard dental tissue. *Dent Mater*. 2007;23(2):211-7.
- 32.** Mazzitelli C, Monticelli F, Toledano M, Ferrari M, Osorio R. Dentin treatment effects on the bonding performance of self-adhesive resin cements. *Eur J Oral Sci*. 2010;118(1):80-6.
- 33.** Abo-Hamar SE, Hiller KA, Jung H, et al. Bond strength of a new universal self-adhesive resin luting cement to dentin and enamel. *Clin Oral Investig*. 2005;9(3):161-7.
- 34.** Walter R, Miguez PA, Pereira PN. Microtensile bond strength of luting materials to coronal and root dentin. *J Esthet Restor Dent*. 2005;17(3):165-71; discussion 71.

35. Hikita K, Van Meerbeek B, De Munck J, et al. Bonding effectiveness of adhesive luting agents to enamel and dentin. *Dent Mater.* 2007;23(1):71-80.
36. Holderegger C, Sailer I, Schuhmacher C, et al. Shear bond strength of resin cements to human dentin. *Dent Mater.* 2008;24(7):944-50.
37. D'Arcangelo C, De Angelis F, D'Amario M, et al. The influence of luting systems on the microtensile bond strength of dentin to indirect resin-based composite and ceramic restorations. *Oper Dent.* 2009;34(3):328-36.
38. Viotti RG, Kasaz A, Pena CE, et al. Microtensile bond strength of new self-adhesive luting agents and conventional multistep systems. *J Prosthet Dent.* 2009;102(5):306-12.
39. Lühns AK, Guhr S, Gunay H, Geurtsen W. Shear bond strength of self-adhesive resins compared to resin cements with etch and rinse adhesives to enamel and dentin in vitro. *Clin Oral Investig.* 2010;14(2):193-9.
40. Aguiar TR, Di Francescantonio M, Ambrosano GM, Giannini M. Effect of curing mode on bond strength of self-adhesive resin luting cements to dentin. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2010;93(1):122-7.
41. Sarr M, Mine A, De Munck J, et al. Immediate bonding effectiveness of contemporary composite cements to dentin. *Clin Oral Investig.* 2010;14(5):569-77.
42. Makishi P, Shimada Y, Sadr A, et al. Nanoleakage expression and microshear bond strength in the resin cement/dentin interface. *J Adhes Dent.* 2010;12(5):393-401.
43. Türkmen C, Durkan M, Cimilli H, Oksuz M. Tensile bond strength of indirect composites luted with three new self-adhesive resin cements to dentin. *J Appl Oral Sci.* 2011;19(4):363-9.
44. De Angelis F, Minnoni A, Vitalone LM, et al. Bond strength evaluation of three self-adhesive luting systems used for cementing composite and porcelain. *Oper Dent.* 2011;36(6):626-34.
45. Vaz RR, Hipolito VD, D'Alpino PH, Goes MF. Bond strength and interfacial micromorphology of etch-and-rinse and self-adhesive resin cements to dentin. *J Prosthodont.* 2012;21(2):101-11.
46. Farrokh A, Mohsen M, Soheil S, Nazanin B. Shear bond strength of three self-adhesive resin cements to dentin. *Indian J Dent Res.* 2012;23(2):221-5.

47. Fuentes MV, Ceballos L, Gonzalez-Lopez S. Bond strength of self-adhesive resin cements to different treated indirect composites. *Clin Oral Investig.* 2013;17(3):717-24.
48. Nakajima M, Sano H, Urabe I, Tagami J, Pashley DH. Bond strengths of single-bottle dentin adhesives to caries-affected dentin. *Oper Dent.* 2000;25(1):2-10.
49. Yoshiyama M, Urayama A, Kimochi T, Matsuo T, Pashley DH. Comparison of conventional vs self-etching adhesive bonds to caries-affected dentin. *Oper Dent.* 2000;25(3):163-9.
50. Sattabanasuk V, Shimada Y, Tagami J. Bonding of resin to artificially carious dentin. *J Adhes Dent.* 2005;7(3):183-92.
51. Erhardt MC, Toledano M, Osorio R, Pimenta LA. Histomorphologic characterization and bond strength evaluation of caries-affected dentin/resin interfaces: effects of long-term water exposure. *Dent Mater.* 2008;24(6):786-98.
52. Suzuki TY, Godas AG, Guedes AP, et al. Microtensile bond strength of resin cements to caries-affected dentin. *J Prosthet Dent.* 2013;110(1):47-55.
53. Carvalho FG, Goncalves LS, Carlo HL, et al. Influence of sterilization method on the bond strength of caries-affected dentin. *Braz Oral Res.* 2009;23(1):11-6.
54. Wei S, Sadr A, Shimada Y, Tagami J. Effect of caries-affected dentin hardness on the shear bond strength of current adhesives. *J Adhes Dent.* 2008;10(6):431-40.
55. Zavgorodniy AV, Rohanizadeh R, Swain MV. Ultrastructure of dentine carious lesions. *Arch Oral Biol.* 2008;53(2):124-32.
56. Deyhle H, Bunk O, Muller B. Nanostructure of healthy and caries-affected human teeth. *Nanomedicine.* 2011;7(6):694-701.
57. Gaiser S, Deyhle H, Bunk O, White SN, Muller B. Understanding nano-anatomy of healthy and carious human teeth: a prerequisite for nanodentistry. *Biointerphases.* 2012;7(1-4):4.
58. Haj-Ali R, Walker M, Williams K, Wang Y, Spencer P. Histomorphologic characterization of noncarious and caries-affected dentin/adhesive interfaces. *J Prosthodont.* 2006;15(2):82-8.

- 59.** Nakornchai S, Harnirattisai C, Surarit R, Thiradilok S. Microtensile bond strength of a total-etching versus self-etching adhesive to caries-affected and intact dentin in primary teeth. *J Am Dent Assoc.* 2005;136(4):477-83.
- 60.** Say EC, Nakajima M, Senawongse P, et al. Bonding to sound vs caries-affected dentin using photo- and dual-cure adhesives. *Oper Dent.* 2005;30(1):90-8.
- 61.** Lohbauer U, Nikolaenko SA, Petschelt A, Frankenberger R. Resin tags do not contribute to dentin adhesion in self-etching adhesives. *J Adhes Dent.* 2008;10(2):97-103.
- 62.** Clarkson BH, Wefel JS, Miller I. A model for producing caries-like lesions in enamel and dentin using oral bacteria in vitro. *J Dent Res.* 1984;63(10):1186-9.
- 63.** Marshall GW, Jr., Marshall SJ, Kinney JH, Balooch M. The dentin substrate: structure and properties related to bonding. *J Dent.* 1997;25(6):441-58.
- 64.** Wimpenny JW. The validity of models. *Adv Dent Res.* 1997;11(1):150-9.
- 65.** Cenci MS, Pereira-Cenci T, Cury JA, Ten Cate JM. Relationship between gap size and dentine secondary caries formation assessed in a microcosm biofilm model. *Caries Res.* 2009;43(2):97-102.
- 66.** White DJ. The application of in vitro models to research on demineralization and remineralization of the teeth. *Adv Dent Res.* 1995;9(3):175-93; discussion 94-7.
- 67.** Angker L, Nockolds C, Swain MV, Kilpatrick N. Quantitative analysis of the mineral content of sound and carious primary dentine using BSE imaging. *Arch Oral Biol.* 2004;49(2):99-107.
- 68.** Angker L, Nockolds C, Swain MV, Kilpatrick N. Correlating the mechanical properties to the mineral content of carious dentine--a comparative study using an ultra-micro indentation system (UMIS) and SEM-BSE signals. *Arch Oral Biol.* 2004;49(5):369-78.
- 69.** Zheng L, Nakajima M, Higashi T, Foxton RM, Tagami J. Hardness and Young's modulus of transparent dentin associated with aging and carious disease. *Dent Mater J.* 2005;24(4):648-53.

- 70.** Lisboa DS, Santos SV, Griza S, Rodrigues JL, Faria-e-Silva AL. Dentin deproteinization effect on bond strength of self-adhesive resin cements. *Braz Oral Res.* 2013;27(1):73-5.
- 71.** Collares FM, Ogliari FA, Zanchi CH, et al. Influence of 2-hydroxyethyl methacrylate concentration on polymer network of adhesive resin. *J Adhes Dent.* 2011;13(2):125-9.
- 72.** Papadogiannis D, Lakes RS, Papadogiannis Y, Tolidis K. Mechanical viscoelastic behavior of dental adhesives. *Dent Mater.* 2013;29(6):693-701.



## ANEXO A

Ao Comitê de Ética em Pesquisa da Universidade Federal de Sergipe

Declaro que doei \_\_\_\_ terceiros molares à pesquisadora Aline Carvalho Peixoto, a fim de viabilizar a execução da pesquisa intitulada "**Resistência de união de cimentos resinosos na dentina afetada por cárie induzida artificialmente**". Igualmente declaro que estes dentes foram extraídos previamente ao meu conhecimento da pesquisa supracitada, por indicação clínica e independente da mesma, sendo armazenados em frasco único, o que impossibilita a identificação dos indivíduos dos quais os dentes foram extraídos.

Local:

---

Nome do cirurgião-dentista

CPF:

CRO:

Endereço:

Telefone:

## ANEXO B

UNIVERSIDADE FEDERAL DE  
SERGIPE - HU / UFS\*



### PARECER CONSUBSTANCIADO DO CEP

#### DADOS DO PROJETO DE PESQUISA

**Título da Pesquisa:** Estabilidade mecânica da união cimento resinoso auto-adesivo\_dentina afetada por cárie.

**Pesquisador:** Aline Carvalho Peixoto

**Área Temática:** Área 9. A critério do CEP.

**Versão:** 2

**CAAE:** 07638412.5.0000.0058

**Instituição Proponente:** ESTADO DE SERGIPE - ADMINISTRACAO DIRETA

#### DADOS DO PARECER

**Número do Parecer:** 118.227

**Data da Relatoria:** 05/10/2012

#### Apresentação do Projeto:

Projeto apresenta o delimitamento do estudo, foi protocolado na folha de Rosto com a assinatura e carimbo do pesquisador e responsável pela Instituição Proponente.

#### Objetivo da Pesquisa:

O objetivo deste trabalho será avaliar a resistência de união imediata e em longo prazo à dentina afetada por

cárie de dois cimentos resinosos autoadesivos

(BisCem e RelyX U200) e um cimento resinoso convencional (RelyX ARC).

#### Objetivo Secundário:

-Mensurar a resistência de união à dentina afetada por cárie e compará-la à alcançada na dentina normal; -

Comparar a resistência de união dos

cimentos auto-adesivos RelyX U200 e BisCem, e destes, com o cimento resinoso convencional RelyX ARC;

-Avaliar a degradação de união na Interface cimento e dentina afetada por cárie, após estocagem por um período de seis meses

#### Avaliação dos Riscos e Benefícios:

Riscos e benefícios esclarecidos.

Endereço: Rua Cláudio Basteira s/nº

Bairro: Bairro Sãoatório

CEP: 49.060-100

UF: SE

Município: ARACAJU

Telefone: (79)2105-1805

Fax: (79)2105-1805

E-mail: cephu@ufs.br

**Comentários e Considerações sobre a Pesquisa:**

A literatura ainda carece de dados sobre o comportamento dos cimentos resinosos auto-adesivos sobre o substrato dental afetado por cárie, que frequentemente constitui-se no substrato de união na prática clínica, justificando a realização deste estudo.

**Considerações sobre os Termos de apresentação obrigatória:**

Termos apresentados, folha de Rosto com a assinatura e carimbo do pesquisador e responsável pela Instituição Proponente .

**Recomendações:**

Não há

**Conclusões ou Pendências e Lista de Inadequações:**

Não Há

**Situação do Parecer:**

Aprovado

**Necessita Apreciação da CONEP:**

Sim

**Considerações Finais a critério do CEP:**

O presente projeto, seguiu nesta data para análise da CONEP e só tem o seu início autorizado após a aprovação pela mesma.

ARACAJU, 09 de Outubro de 2012

---

Assinador por:  
Anita Herminia Oliveira Souza  
(Coordenador)

Endereço: Rua Cláudio Betele s/nº

Bairro: Bairro Senador

CEP: 49.080-100

UF: SE

Município: ARACAJU

Telefone: (79)2105-1805

Fax: (79)2105-1805

E-mail: cephu@ufs.br

## ANEXO C

### Termo de consentimento livre e esclarecido

Universidade Federal de Pelotas  
Faculdade de Odontologia  
Programa de Pós-Graduação em Odontologia

#### TERMO DE CONSENTIMENTO LIVRE E ESCLARECIDO (TCLE)

Título do projeto: **ESTABILIDADE MECÂNICA DA UNIÃO CIMENTO RESINOSO AUTO-ADESIVO - DENTINA AFETADA POR CÁRIE.**

Pesquisadora responsável pelo estudo: Aline Carvalho Peixoto

Por este instrumento que atende as exigências legais, o(a) senhor(a) CARMEM LUCIA MACHADO LOPES, portador(a) da cédula de identidade nº: 1029128298, SSP/RS, após minuciosa e detalhada explicação pelos pesquisadores envolvidos neste estudo, ciente de que os procedimentos aos quais será submetido(a) restringem-se ao protocolo de doação de saliva, não restando dúvidas a respeito do explicado, firma CONSENTIMENTO LIVRE E ESCLARECIDO em concordância a participar da pesquisa proposta no que lhe é cabível.

Fica claro que o paciente ou seu representante legal pode, a qualquer momento, retirar seu consentimento livre e esclarecido, sem qualquer prejuízo, deixando de participar do estudo alvo da pesquisa e estando ciente que todo trabalho realizado torna-se informação confidencial guardada por força do sigilo profissional (Art. 9º do Código de Ética Odontológica).

Por estarem entendidos e conformados, assinam o presente termo.

Pelotas, 06 de fevereiro de 2013.

[Assinatura]  
Assinatura do paciente

[Assinatura]  
Assinatura do pesquisador

